

Bab 1

Mikroskop

Tiga cabang Mikroskop

- Optik
- Elektron
- Scanning Probe (probe pemindai)
- Mikroskop optik dan elektron mengukur refraksi, difraksi, dan refleksi dari radiasi sumber
 - Optik menggunakan cahaya putih, lampu neon, atau laser
 - Elektron menggunakan radiasi elektromagnetik / berkas elektron
- Scanning (pemindaian) menggunakan probe untuk berinteraksi dengan permukaan spesimen

Teknik Pencitraan

Teknik	Gambar Dibentuk Oleh	Satuan terendah	Perkiraan Batas Bawah
Optical Microscopy	Light Rays (cahaya)	Microns (μm)	1 μm (monochromatic light)
Confocal Microscopy	Coherent Light Source (Laser)	Microns (μm)	.1 μm (X-Y Direction)
Transmission Electron Microscopy (TEM)	Electrons	Angstroms (Å)	2 Å (high resolution TEM)
Scanning Electron Microscopy (SEM)	Electrons	Nanometers (nm) to Angstroms (Å)	10 nm (100 Å)
Atomic Force & Scanning Tunneling Microscopies (AFM/STM)	Molecular Mechanical Probes	Angstroms (Å)	40 Å (theoretical)

Satuan Ukuran

- μm - Micrometer
 - 1,000,000 micrometers = 1 meter
 - Satu unta rambut mempunyai diameter $\sim 20\text{-}180 \mu\text{m}$
 - 10^6
- nm - Nanometer
 - 1,000,000,000 nanometers = 1 meter
 - 10^9
 - Panjang gelombang cahaya tampak (400-700 nm)
- \AA - Angstrom
 - 10,000,000,000 Angstroms = 1 meter
 - 10^{10}
 - Digunakan untuk mengukur ukuran atom / panjang ikatan
 - Panjang rantai C-H dalam metan ~ 1 Angstrom

Mikroskop Optik

- Mikroskop cahaya atau optik adalah sarana utama bagi para ilmuwan dan insinyur untuk memeriksa struktur mikro material
- Metalografi adalah bidang ilmu yang mempelajari struktur logam dan paduannya
- Teknik dasar yang dikembangkan dalam metalografi tidak hanya digunakan untuk memeriksa logam, tetapi juga untuk memeriksa keramik dan polimer.

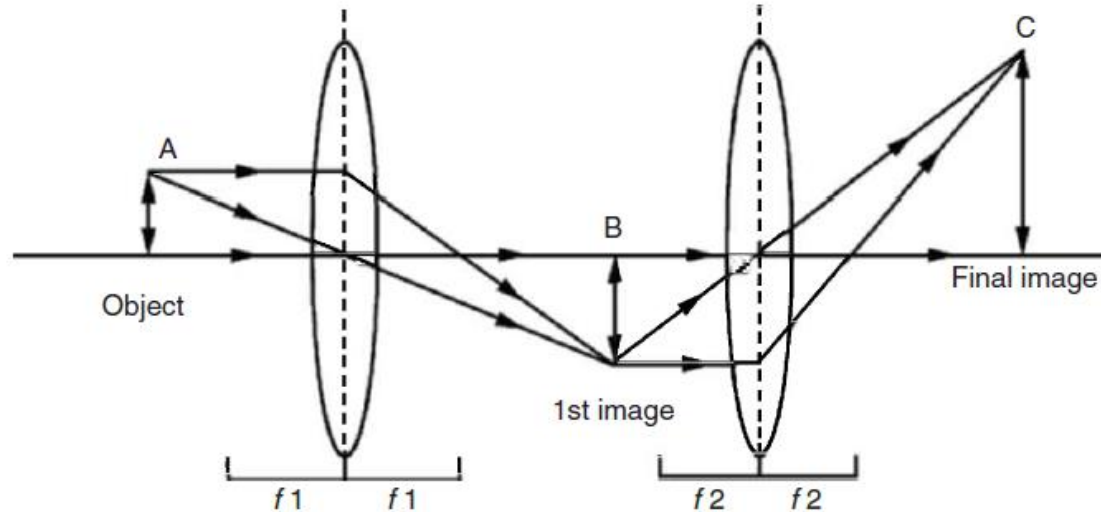
Prinsip Optik

Prinsip-prinsip mikroskop optik meliputi :

- Pembentukan gambar
- Pembesaran
- Resolusi

Pembentukan Gambar

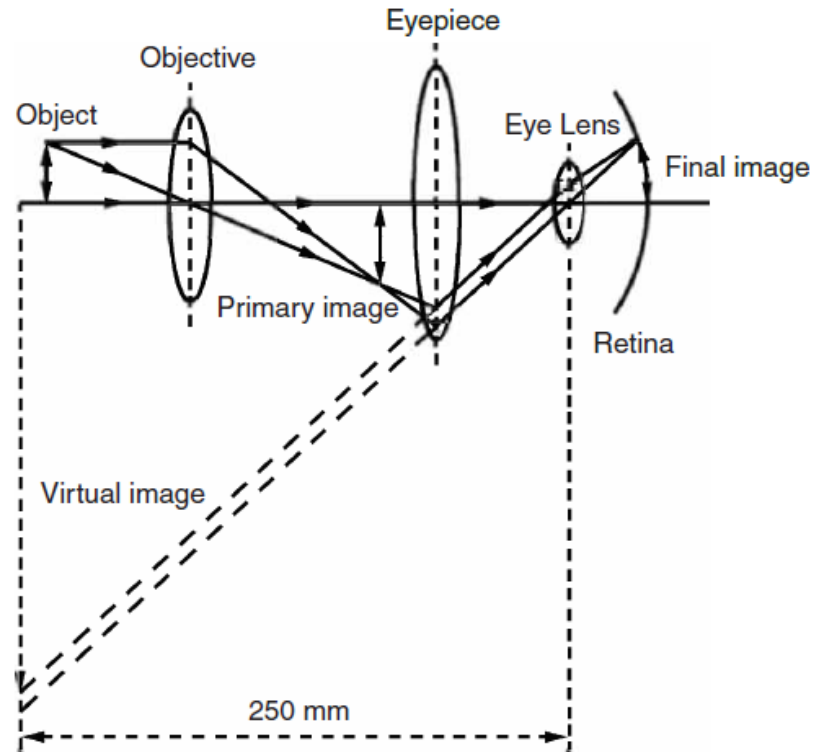
- Pembentukan gambar dapat diilustrasikan sebagai perilaku jalur cahaya dalam mikroskop cahaya majemuk (Gambar 1.1)



Gambar 1.1 prinsip pembesaran di mikroskop

- Spesimen (objek) ditempatkan di A. Cahaya dari objek berkumpul di lensa objektif kemudian difokuskan ke posisi B membentuk gambar dengan pembesaran terbalik. Selanjutnya oleh lensa kedua (lensa proyektor) difokuskan ke posisi C membentuk gambar akhir yang diperbesar.
- Gambar yang dihasilkan adalah gambar nyata di C pada layar atau film kamera bukan apa yang kita lihat dengan mata kita

- Ketika menggunakan mata untuk memeriksa struktur mikro, maka jalur cahaya dalam mikroskop akan melewati lensa mata bukan lensa proyektor untuk membentuk gambar virtual pada retina manusia.
- Gambar virtual diatur 250 mm dari lensa mata yang merupakan jarak minimum fokus mata
- Mikroskop modern umumnya dilengkapi dengan perangkat untuk beralih dari lensa mata ke lensa proyektor untuk merekam gambar aktif film fotografi atau mengirim gambar ke layar komputer.



Gambar 1.2 skema alur cahaya dalam mikroskop dengan lensa mata

- Perbesaran mikroskop dapat dihitung dengan persamaan :

$$M = \frac{v - f}{f} \quad (1.1)$$

di mana f adalah panjang fokus lensa dan v adalah jarak antara gambar dan lensa

- Untuk mikroskop majemuk seperti pada Gambar 1.1, total perbesaran mikroskop adalah

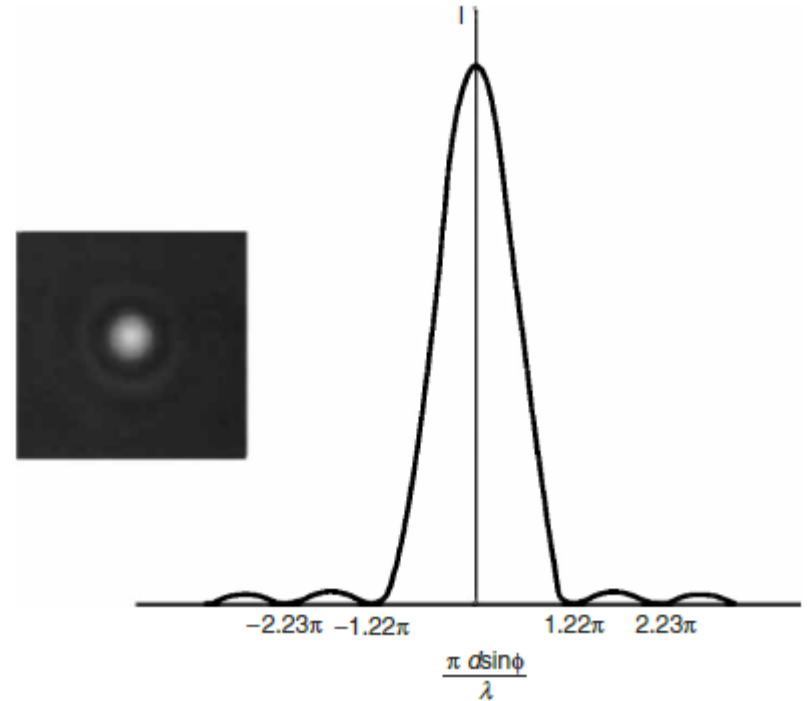
$$M = M_1 M_2 \frac{(v_1 - f_1)(v_2 - f_2)}{f_1 f_2} \quad (1.2)$$

Ketika menggunakan lensa mata, maka perbesaran total menjadi hasil kali antara perbesaran lensa objektif dikalikan dengan perbesaran lensa mata.

Resolusi

- Resolusi mengacu pada jarak minimum antara dua titik di mana mereka dapat dibedakan secara nyata sebagai dua titik.
- Resolusi mikroskop secara teoritis dikendalikan oleh difraksi cahaya.
- Difraksi cahaya yang mengendalikan resolusi mikroskop dapat diilustrasikan dengan gambar objek titik bercahaya. Ketika objek titik diperbesar, gambarnya adalah titik pusat yang dikelilingi oleh serangkaian cincin difraksi (Gambar 1.3), bukan titik tunggal
- Resolusi adalah fungsi parameter mikroskop seperti yang ditunjukkan oleh persamaan:

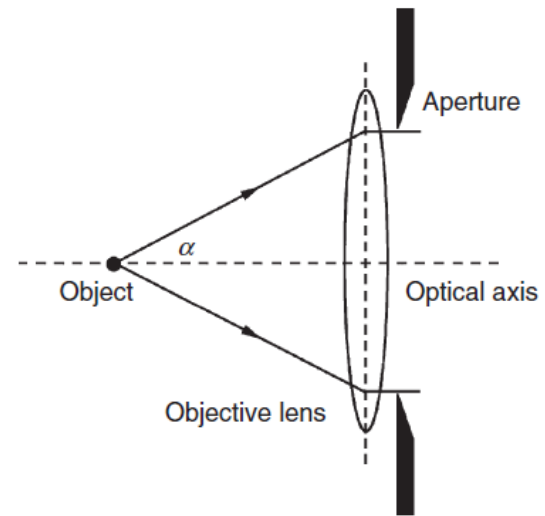
$$R = \frac{d}{2} = \frac{0.61\lambda}{\mu \sin \alpha} \quad (1.3)$$



Gambar 1.3 Objek titik dan distribusi intensitas cahaya

di mana μ adalah indeks bias medium antara objek dan lensa objektif dan α adalah setengah sudut kerucut cahaya yang memasuki lensa objektif dan $\mu \sin \alpha$, disebut numerical aperture (NA).

Gambar 1.4 Kerucut cahaya yang memasuki lensa objektif menunjukkan α adalah setengah sudut.



Kecerahan dan Kontras

- Agar objek skala mikro dalam spesimen material terlihat, maka selain perbesaran tinggi juga dibutuhkan kecerahan dan kontras yang cukup.
- Kecerahan mengacu pada intensitas cahaya dan berhubungan dengan bukaan numerik (NA) dan perbesaran (M).
- Pada mikroskop transmisi :

$$\text{Brightness} = \frac{(\text{NA})^2}{M^2} \quad (1.4)$$

Pada mikroskop yang memantulkan cahaya :

$$\text{Brightness} = \frac{(\text{NA})^4}{M^2} \quad (1.5)$$

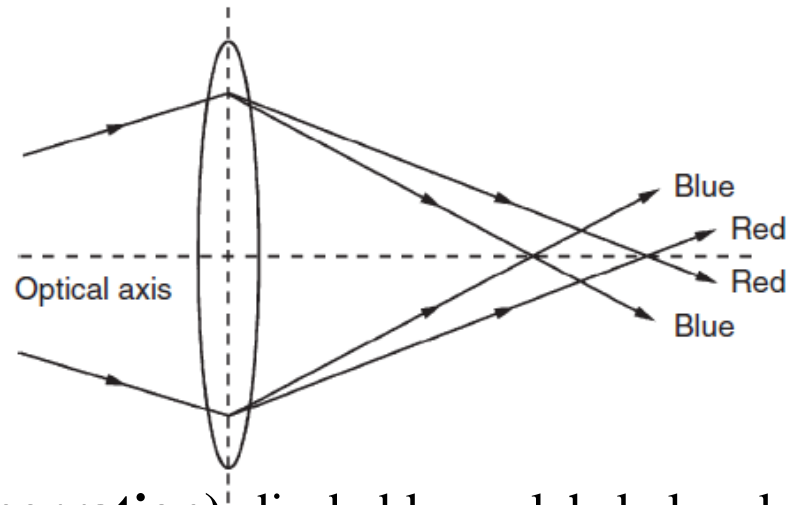
Kontras didefinisikan sebagai perubahan relatif dalam intensitas cahaya (I) antara suatu objek dan latar belakangnya

$$\text{Contrast} = \frac{I_{\text{object}} - I_{\text{background}}}{I_{\text{background}}} \quad (1.6)$$

Penyimpangan lensa

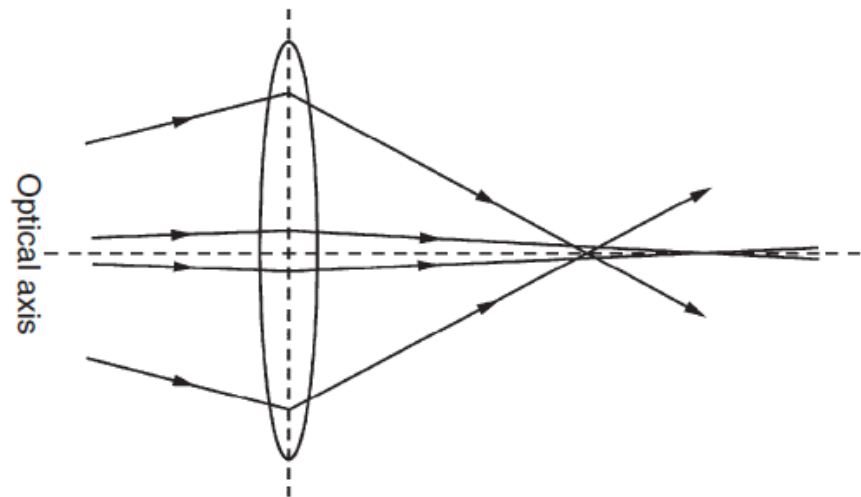
- Perhitungan resolusi didasarkan pada asumsi bahwa semua komponen mikroskop adalah sempurna, sedangkan kenyataannya ada distorsi gambar yang disebabkan oleh lensa.
- Penyimpangan lensa : distorsi gambar oleh lensa
- Penyimpangan yang mempengaruhi seluruh bidang gambar : chromatic and spherical aberrations
- Penyimpangan yang hanya memengaruhi titik off-axis dari gambar : astigmatisme dan kelengkungan bidang.
- **Chromatic abberation (penyimpangan kromatik)** disebabkan oleh variasi dalam indeks bias lensa dalam kisaran panjang gelombang cahaya (dispersi cahaya).
- Tingkat defleksi cahaya oleh lensa tergantung pada panjang gelombang cahaya. Karena berbagai panjang gelombang hadir dalam cahaya (cahaya putih), cahaya tidak dapat difokuskan pada satu titik

Gambar 1.5 Jalur sinar dalam cahaya putih menggambarkan penyimpangan kromatik

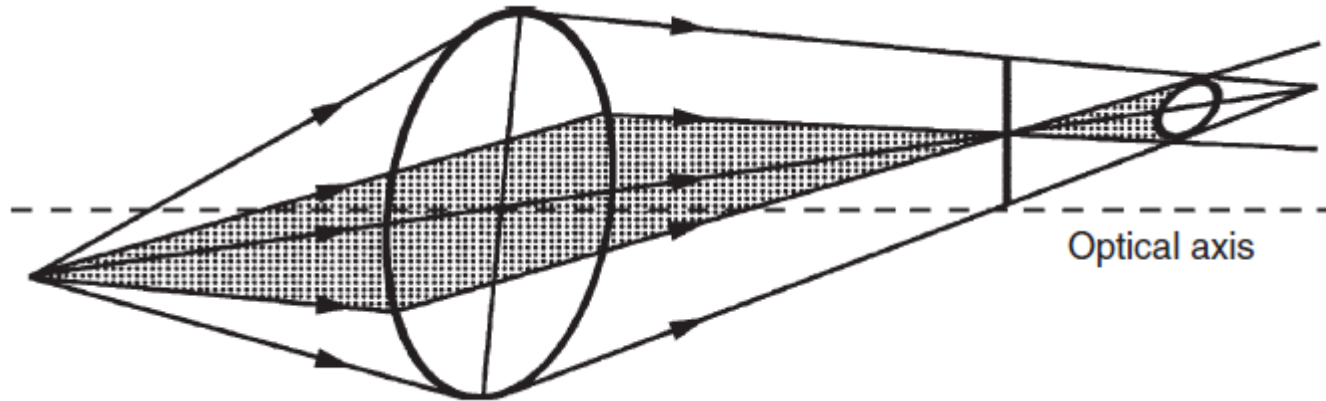


- **Penyimpangan bola (spherical aberration)** disebabkan oleh kelengkungan bola lensa.
- Sinar cahaya dari suatu titik pada objek pada sumbu optik memasuki lensa pada sudut yang berbeda dan tidak dapat difokuskan pada satu titik

Gambar 1.6 Penyimpangan bola

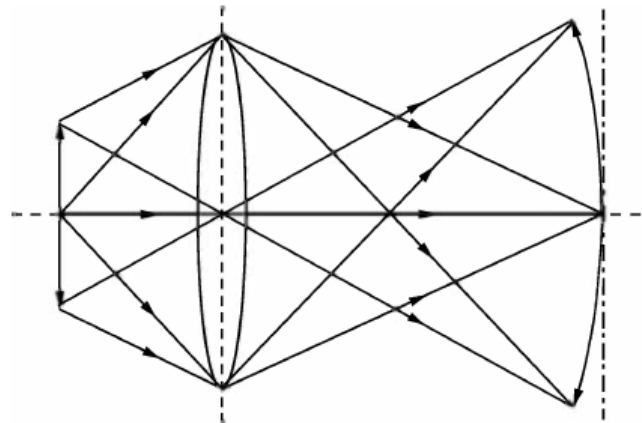


Astigmatisme terjadi ketika sinar melewati diameter vertikal lensa tidak fokus pada bidang gambar yang sama dengan sinar yang melewati diameter horizontal,



Gambar 1.7 Astigmatisme adalah penyimpangan off-axis

Lengkungan bidang adalah penyimpangan off-axis. Ini terjadi karena bidang fokus dari suatu gambar tidak datar tetapi memiliki permukaan bulat cekung



Gambar 1.8. Lengkungan bidang

Komponen utama dalam mikroskop cahaya :

- sistem penerangan;
 - lensa objektif;
 - lensa mata;
 - sistem fotomikrografi; dan
 - dudukan spesimen.
-
- Mikroskop cahaya untuk memeriksa struktur mikro material dapat menggunakan cahaya transmisi atau yang dipantulkan untuk penerangan.
 - Mikroskop cahaya yang dipantulkan adalah yang paling banyak digunakan untuk metalografi.
 - Mikroskop cahaya yang ditransmisikan biasanya digunakan untuk memeriksa bahan transparan atau semi transparan, seperti jenis tertentu polimer

Optical Microscope

1. Lensa okuler/mata
2. Menara obyektif
3. Obyektif
4. Setelan kasar
5. Setelan halus
6. Dudukan spesimen
7. Sumber cahaya
8. Condenser
9. Pengatur X-Y



Sistem Penerangan

Sistem penerangan mikroskop menyediakan cahaya tampak yang digunakan untuk mengamati spesimen.

Ada tiga jenis lampu yang digunakan dalam cahaya mikroskop:

- 1) lampu filamen tungsten tegangan rendah;
- 2) lampu tungsten-halogen; dan
- 3) tabung gas-discharge.

Lensa obyektif dan Lensa Mata

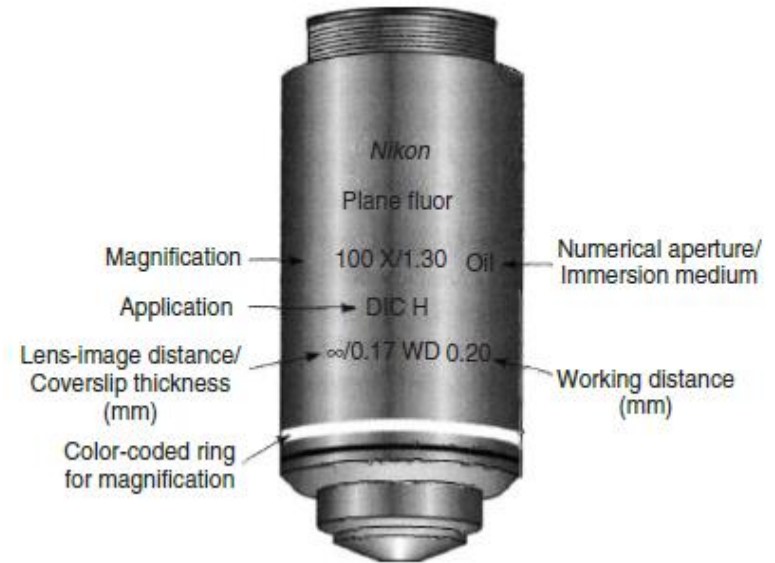
- **Lensa objektif** adalah komponen optik terpenting dari mikroskop cahaya.
- Pembesaran lensa objektif menentukan pembesaran total mikroskop karena lensa mata umumnya memiliki perbesaran tetap $10\times$.
- Numerical aperture (NA) lensa objektif bervariasi dari 0,16 hingga 1,40, tergantung pada jenis lensa

Klasifikasi lensa objektif didasarkan pada kemampuan koreksi-penyimpangan, terutama penyimpangan chromatic. Lensa berikut menunjukkan kemampuan dari rendah ke tinggi.

- achromat;
- semiachromat (juga disebut “ fluorit ”); dan
- apochromat.

Karakteristik lensa objektif terukir pada laras seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.9.

- FL, “FLUOR,” or atau “NEOFLUOR” adalah ‘fluorite’ dan menunjukkan lensa bersifat semiachromatic;
- “APO” menunjukkan bahwa lensanya pochromatic;
- Jika tak satu pun dari tanda di atas muncul, maka lensanya akromatik;
- “PLAN” atau ‘PL’ adalah singkatan dari ‘planar’ dan berarti lensa dikoreksi untuk kelengkungan bidang, dan dengan demikian menghasilkan gambar bidang datar.



Gambar 1.9 Tanda terukir pada laras lensa objektif.

- “DIC” berarti lensa menyertakan prisma Wollaston untuk kontras interferensi diferensial
- “PH” atau ‘PHACO’ berarti lensa memiliki cincin fase untuk mikroskop kontras fase
- “Number /number” menunjukkan bukaan perbesaran / numerik. Jadi, “40 /0.75” berarti lensa memiliki perbesaran $40 \times$ dan bukaan numerik (NA) 0,75

Tahapan untuk Resolusi Optimal

- Gunakan lensa objektif dengan NA setinggi mungkin;
- Gunakan pembesaran tinggi;
- Gunakan lensa mata yang kompatibel dengan lensa objektif yang dipilih;
- Gunakan cahaya dengan panjang gelombang pendek;
- Jaga sistem lampu tetap terpusat dengan benar;
- Gunakan lensa perendaman oli jika tersedia;
- Sesuaikan diafragma bidang untuk kontras maksimum dan diafragma apertur untuk resolusi dan kontras maksimum;
- Sesuaikan kecerahan untuk resolusi terbaik.

Persiapan Spesimen

Struktur mikro material hanya dapat dilihat dalam mikroskop cahaya setelah spesimen disiapkan dengan baik.

Langkah utama persiapan spesimen untuk mikroskop cahaya:

- Sectioning;
- Mounting;
- Grinding;
- polishing; dan
- etsa.

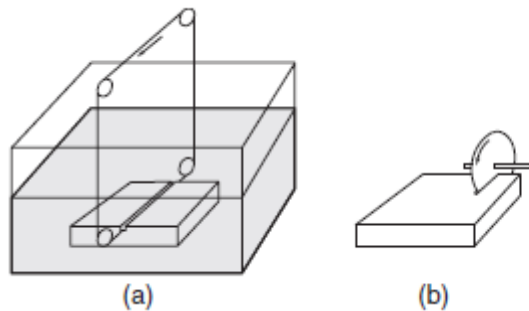
Sectioning mempunyai tujuan:

1. Menghasilkan potongan melintang dari spesimen yang akan diperiksa
2. Mengurangi ukuran spesimen untuk ditempatkan pada dudukan mikroskop cahaya,
3. Mengurangi ukuran spesimen yang akan tertanam dalam media pemasangan untuk proses persiapan lebih lanjut.

Metode utama untuk **sectioning** adalah pemotongan abrasif, wire cutting, dan mikrotom yang terutama untuk spesimen polimer.

Cutting

- Pemotongan abrasif adalah metode yang paling umum digunakan untuk memotong bahan.
- Mesin potong abrasif biasanya digunakan untuk memotong sampel yang besar.
- bahan abrasif yang digunakan biasanya: silikon karbida, dengan bahan pengikat seperti resin dan karet.
- Untuk hasil Pemotongan yang presisi dapat menggunakan diamond saw atau electric discharge mesin (EDM) (Gambar 1.10)



Gambar 1.10. Pemotongan spesimen dengan: (a) wire cutting (b) diamond saw

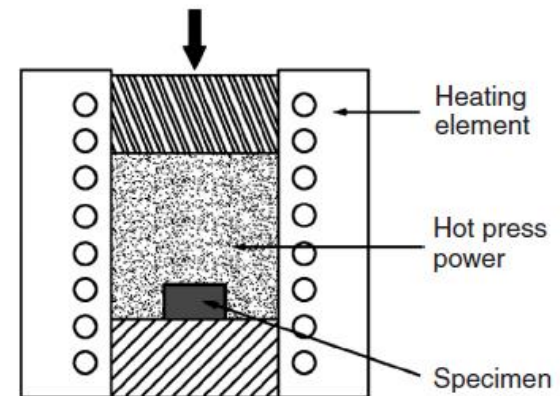
Mikrotom

Mikrotom menggunakan pisau untuk membelah bahan. digunakan untuk menyiapkan bahan lunak seperti polimer dan logam lunak. Bahan pisau yang digunakan adalah baja, tungsten karbida, kaca, dan berlian.

Mounting

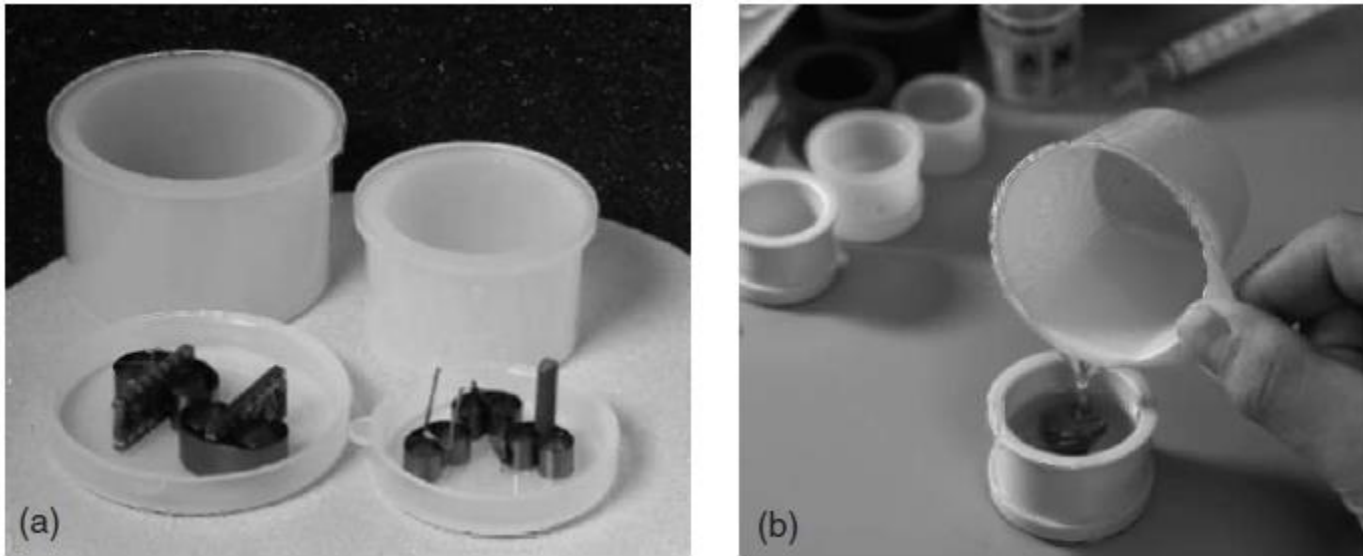
- Mounting mengacu pada pelekatan spesimen dalam bahan mounting (umumnya polimer termoset)
- Mounting tidak diperlukan untuk spesimen besar, tetapi diperlukan untuk spesimen yang terlalu kecil atau berbentuk aneh.
- Ada dua teknik mounting: hot mounting dan cold mounting

Hot mounting menggunakan hot press spesimen diletakkan di tabung dan diikat di dalam serbuk polimer



Gambar 1.11. susunan didalam hot mounting press

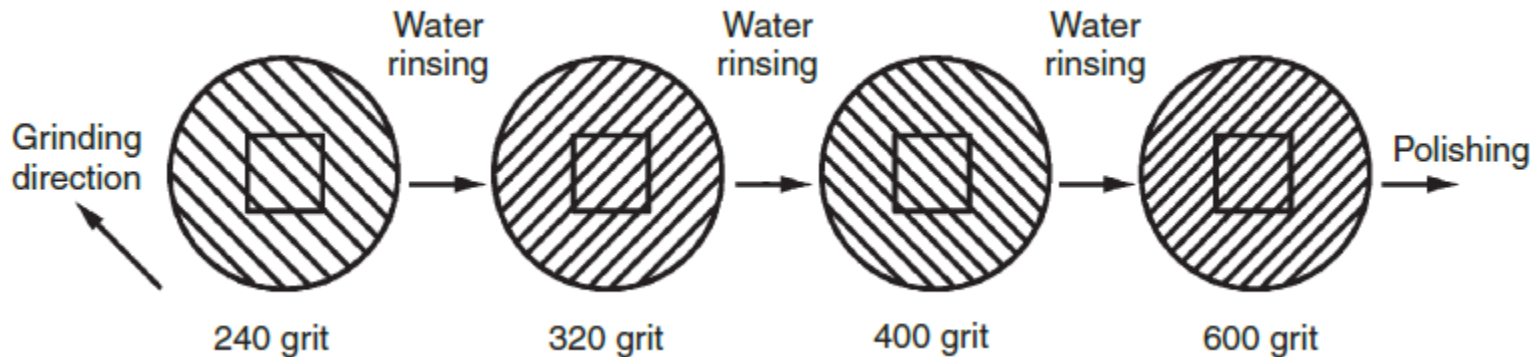
- Dalam cold mounting, umumnya memakai epoksi untuk mengikat spesimen pada suhu kamar.
- Pada cold mounting ada dua komponen utama yang digunakan : resin dan hardener



Gambar 1.12. a). Penempatan pesimen pada bagian bawah cetakan. b). Penuangan resin kedalam cetakan

Grinding and Polishing

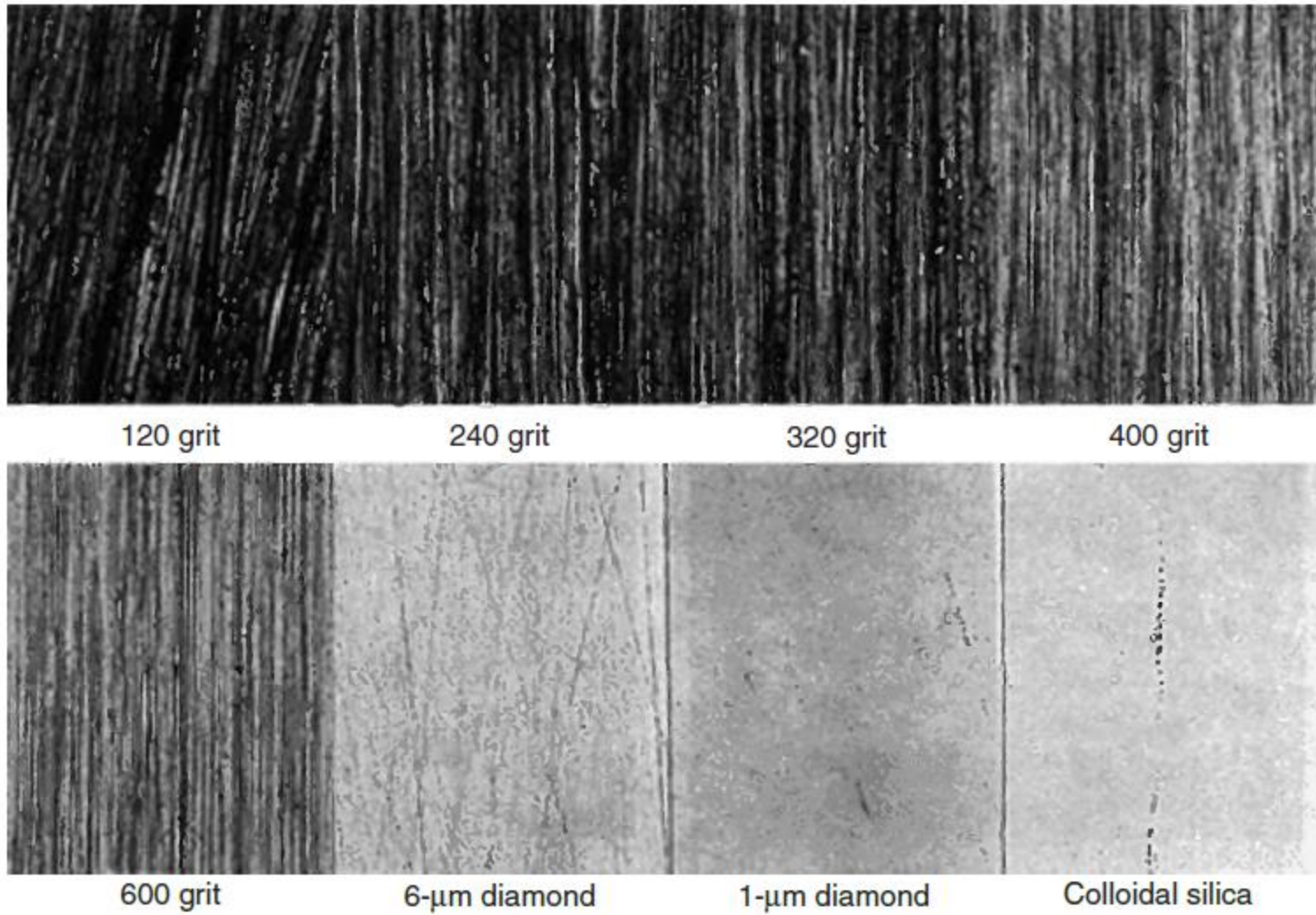
- Grinding mengacu pada meratakan permukaan yang akan diperiksa dan menghilangkan kerusakan selama proses sectioning.
- Permukaan spesimen yang akan diperiksa digerinda menggunakan abrasive (amplas) secara bertingkat dan dimulai dengan amplas yang kasar.
- Kertas amplas yang dipakai biasanya 120-, 240-, 320-, 400-, dan 600-grit.
- Biasanya, dipakai kertas amplas dengan grade 240 atau 320 setelah dipotong dengan diamond saw atau EDM.



Gambar 1.13.prosedur hand grinding

Polishing (Pemolesan)

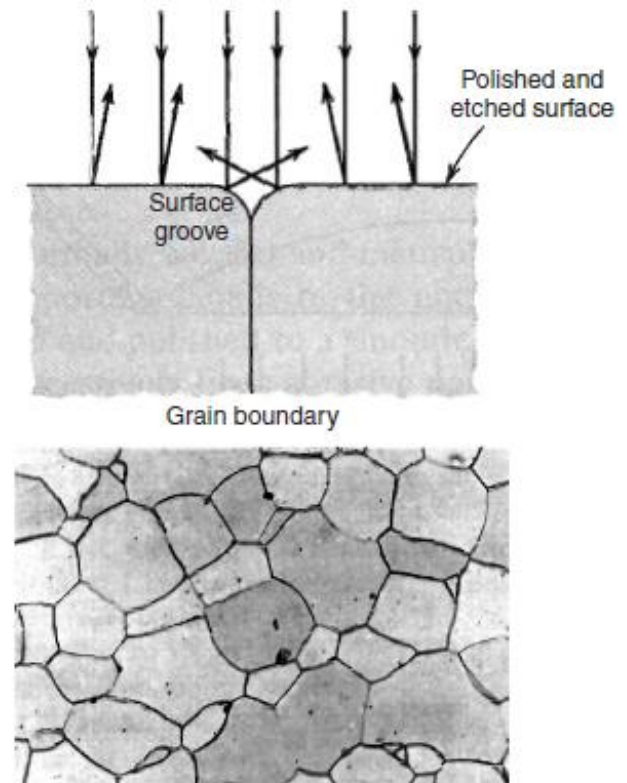
- Polishing adalah langkah terakhir dalam menghasilkan permukaan yang rata dan bebas goresan.
- Polishing menghasilkan lapisan seperti cermin pada permukaan spesimen yang akan diperiksa
- Abrasive untuk polishing biasanya memakai pasta berlian, alumina, atau bubuk logam oksida.
- Polishing meliputi pemolesan kasar dan halus.
- Pemolesan kasar menggunakan abrasive dengan ukuran 3 - 30 μm ; dan yang paling populer memakai pasta diamond 6 μm .
- Ukuran abrasif untuk pemolesan halus biasanya kurang dari 1 μm . Bubur alumina memberikan berbagai ukuran abrasif kurang dari 0,05 μm



Gambar 1.14. sampel permukaan spesimen sesudah grinding dan polishing

Etching (Etsa)

- Etsa kimia adalah metode untuk menghasilkan kontras antara fitur struktur mikro di permukaan spesimen.
- Etching adalah proses korosi yang dikendalikan oleh aksi elektrolit antara area permukaan dengan perbedaan potensial elektrokimia.
- Selama etsa, bahan kimia (etsa) secara selektif melarutkan area tertentu permukaan spesimen
- Kebanyakan etsa kimia adalah campuran asam dengan pelarut seperti air.



Gambar 1.15 Kontras yang dihasilkan oleh etsa batas butir dalam mikroskop optik: (a) refleksi dari berbagai bagian permukaan dan (b) mikrograf batas butir yang muncul sebagai garis gelap.

Tabel 1.1. Etsa umum untuk mikroskop optik.

Materials	Composition ^a	Procedure
Al and alloys	<i>Kdler's reagent</i> 2.5 ml HNO ₃ , 1.5 ml HCl 1.0 ml HF, 95 ml water	Immerse 10–20 s
Fe and steels	<i>Nital</i>	Immerse few seconds to 1 min
Fe and steels	1–10 ml HNO ₃ in 90–99 ml methanol <i>Picral</i>	Immerse few seconds to 1 min
Stainless steels	4–10 g picric acid, 100 ml ethanol <i>Vidala's Reagent</i> 1 g picric acid, 5 ml HCl, 100 ml ethanol	Immerse for up to 1 min
Cu and alloys	2 g K ₂ Cr ₂ O ₇ , 8 ml H ₂ SO ₄ , 4 drops HCl, 100 ml water	Add the HCl before using; immerse 3–60 s
Ti and alloys	10 ml HF, 5 ml HNO ₃ , 85 ml water	Swab 3–20 s
Mg and alloys	1 ml HNO ₃ , 75 ml ethylene glycol, 25 ml water	Swab 3–120 s
Zn and alloys	<i>Palmerton's Reagent</i> 40 g CrO ₃ , 3 g Na ₂ SO ₄ , 200 ml water	Immerse up to 3 min; rinse in 20% aq. CrO ₃

Materials	Composition ^a	Procedure
Co and alloys	15 ml HNO ₃ , 15 ml acetic acid, 60 ml HCl, 15 ml water	Age 1 h before use; immerse for up to 30 s
Ni and alloys	50 ml HNO ₃ , 50 ml acetic acid	Immerse or swab 5–30 s; use hood, do not store
Al ₂ O ₃	15 ml water, 85 ml H ₃ PO ₄	Boil 1–5 min
CaO and MgO	Concentrated HCl	Immerse 3 s to a few minutes
CeO ₂ , SrTiO ₃ , Al ₂ O ₃ , and ZrO–ZrC	20 ml water, 20 ml HNO ₃ , 10 ml HF	Immerse up to 15 min
Si ₃ N ₄	Molten KOH	Immerse 1–8 min
SiC	10 g NaOH, 10 g K ₃ Fe(CN) ₆ in 100 ml water at 110 °C	Boil to dryness
Polyethylene (PE)	Xylene	Immerse 1 min at 70 °C
Poly(acrylonitrile butadiene styrene) (ABS); high-impact polystyrene (HIPS); and poly(phenylene oxide) (PPO)	400 ml H ₂ SO ₄ , 130 ml H ₃ PO ₄ , 125 ml water, 20 g CrO ₃	Immerse 15–180 s
Polypropylene (PP)	6 M CrO ₃	Immerse 96 h at 70 °C
Phenol formaldehyde	75 ml dimethyl sulfoxide, 25 ml HNO ₃	Immerse 4 h at 75–80 °C