

ANALISIS KERUSAKAN X-RAY FLUORESENCE (XRF)

Agus Jamaludin, Darma Adiantoro
Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN

ABSTRAK

Analisis kerusakan alat XRF telah dilakukan. Kegiatan ini diperlukan sebagai langkah awal sebelum dilakukan langkah selanjutnya yaitu perbaikan alat. XRF merupakan alat yang terdapat di laboratorium Instalasi Radiometalurgi (IRM) yang digunakan untuk analisis unsur dalam bahan secara kualitatif maupun kuantitatif. Hasil analisis kualitatif adalah teridentifikasinya jenis-jenis unsur makro yang terkandung dalam suatu bahan berdasarkan energi sinar-x karakteristik yang dipancarkan oleh unsur dalam bahan tersebut. Sedangkan hasil analisis kuantitatif ditunjukkan oleh adanya spektrum unsur-unsur hasil pengukuran yang ditunjukkan dalam bentuk nilai cacah (*counting*). Nilai *counting* sangat menentukan nilai konsentrasi unsur yang terkandung dalam bahan yang dianalisis. Saat ini alat XRF sedang mengalami gangguan pada sistem *counting*. Indikator kerusakan ditunjukkan oleh adanya ketidakstabilan nilai yang ditunjukkan oleh sistem *counting* tersebut. Oleh karena itu perlu dilakukan analisis kerusakan. Tahap analisis dilakukan pengecekan melalui pengamatan visual dan cara pengukuran langsung. Setelah dilakukan pengecekan secara visual maupun pengukuran langsung didapat kerusakan pada bagian *window* detektor, modul *spinner* dan modul *display sample holder counter*, dan detektor. Kerusakan modul *spinner* dan *display* disebabkan tetesan kondensasi dewar yang jatuh pada papan modul yang menyebabkan *short circuit* pada rangkaian. Sedangkan kerusakan detektor disebabkan oleh adanya sensor nitrogen yang tidak berfungsi dengan baik.

Kata Kunci : Analisis, Kerusakan, XRF

Pendahuluan

Spektrometer XRF adalah salah satu alat uji yang terdapat di laboratorium IRM-PTBN yang digunakan untuk menganalisis unsur dalam bahan secara kualitatif maupun kuantitatif. Alat XRF saat ini dalam keadaan tidak berfungsi sehingga menyebabkan terhentinya pengujian sampel. Pengujian menggunakan XRF mempunyai keunggulan tidak memerlukan preparasi bahan uji yang rumit dan waktu pengujian yang singkat. Keunggulan tersebut menjadikan alat tersebut digunakan sebagai langkah awal dalam analisis bahan sebelum dilakukan analisis unsur dalam bahan lebih lanjut menggunakan alat uji yang lain. Dalam rangka pelaksanaan perbaikan alat dilakukan analisis kerusakan pada XRF. Analisis kerusakan dilakukan melalui 2 tahap yaitu pengamatan secara visual dan melakukan pengukuran langsung. Hasil pengamatan secara visual menunjukkan adanya nilai cacahan (*counting per*

second / cps) yang tinggi diatas 40 cps s/d 10^6 cps pada saat X ray Off (seharusnya 0+10 cps) dan tidak stabil sehingga menyebabkan terganggunya sistem deteksi.

Selain itu pergerakan *sample holder* dan hilangnya tampilan lokasi *holder* pada *display* adalah indikasi kerusakan pada rangkaian /modul *spinner*.

Kerusakan alat melalui pengamatan langsung dapat diketahui pada bagian fisik komponen. Dari hasil pengamatan visual akhirnya didapat 2 kerusakan yaitu bagian deteksi dan bagian *Sample holder* Untuk mengidentifikasi kerusakan setiap bagian dilakukan pengukuran menggunakan alat bantu multimeter , *osciloscop* dan catu daya luar.

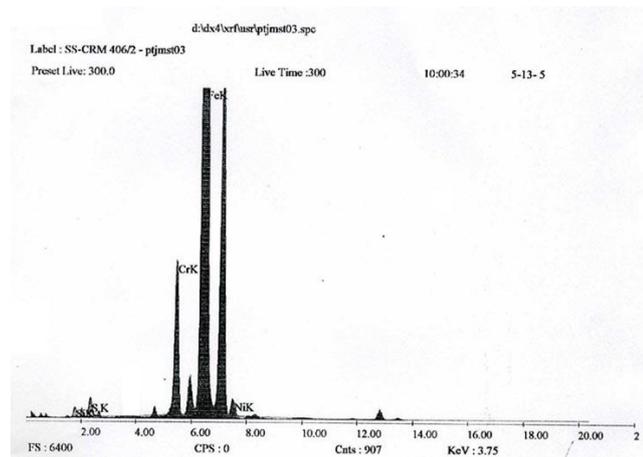
Teori

1. Spektrometer XRF^[2]

Spektrometer XRF adalah alat uji yang digunakan untuk analisis unsur yang terkandung dalam bahan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif memberikan informasi jenis unsur yang terkandung dalam bahan yang dianalisis, yang ditunjukkan oleh adanya spektrum unsur pada energi sinar-x karakteristiknya. Sedangkan analisis kuantitatif memberikan informasi jumlah unsur yang terkandung dalam bahan yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak spektrum.

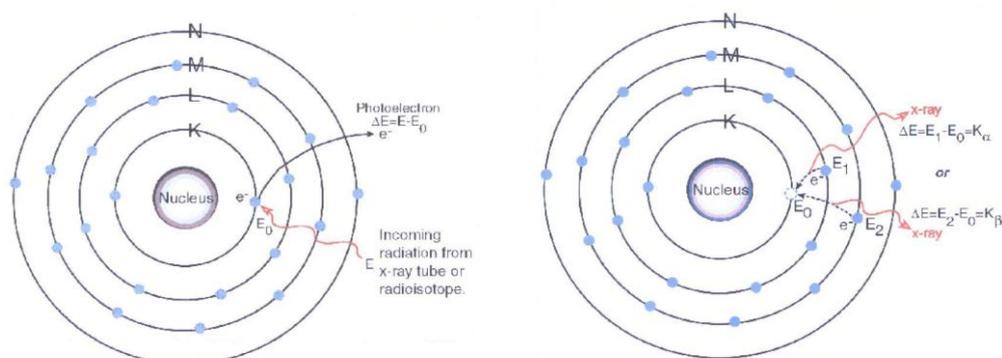


Gambar 1. Spektrometer XRF



Gambar 2. Spektrum Energi Sinar-X Karakteristik Dalam Bahan

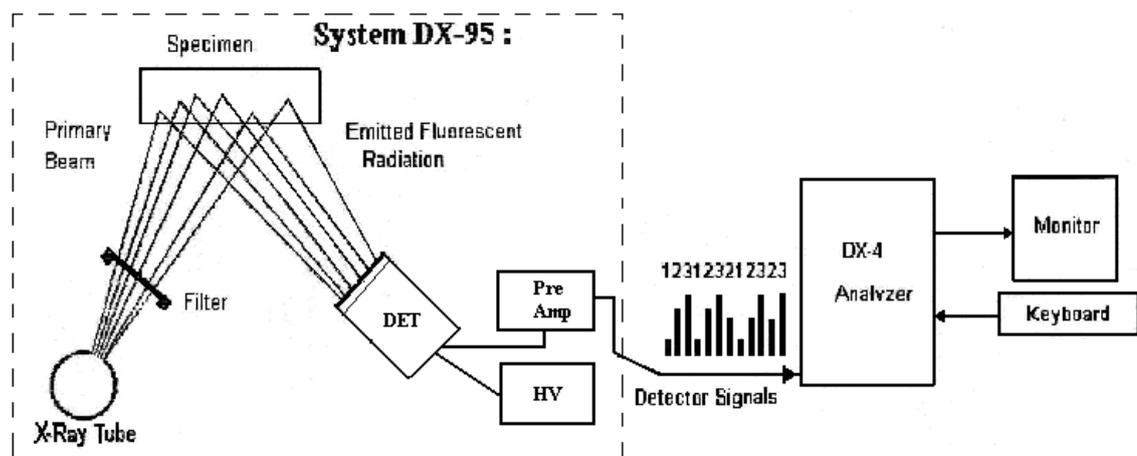
Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan sinar-x karakteristik yang terjadi dari peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target (sampel) terkena sinar berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-x). Bila energi sinar tersebut lebih tinggi daripada energi ikat elektron dalam orbit K, L atau M atom target, maka elektron atom target akan keluar dari orbitnya. Dengan demikian atom target akan mengalami kekosongan elektron. Kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi yang berupa sinar-x. Sinar-x yang dihasilkan merupakan suatu gabungan spektrum sinambung dan spektrum berenergi tertentu (*discreet*) yang berasal dari bahan sasaran yang tertumbuk elektron. Jenis spektrum *discreet* yang terjadi tergantung pada perpindahan elektron yang terjadi dalam atom bahan. Spektrum ini dikenal sebagai spektrum sinar-x karakteristik. Peristiwa tersebut dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 3. Proses Terjadinya Sinar-X

Sinar-x karakteristik yang dihasilkan dari peristiwa tersebut ditangkap oleh detektor semi konduktor Silikon Lithium (SiLi). Detektor tersebut dapat berfungsi dengan baik bila temperatur dijaga pada kondisi suhu di bawah 0°C (-115°C) dengan cara merendamnya dalam nitrogen cair. Berdasarkan manual alat, spektrometer XRF mampu mendeteksi unsur-unsur dengan energi karakteristik sinar-x $> 0,840$ keV dengan kebolehjadian terjadinya sinar yang dideteksi spektrometer XRF dengan konsentrasi lebih besar dari 0,01 %. Hasil analisis kualitatif ditunjukkan dalam bentuk spektrum yang mewakili komposisi unsur yang terkandung dalam suatu bahan sesuai dengan energi karakteristik sinar-x masing-masing unsur, sedang analisis kuantitatif dihitung menggunakan metode komparatif.

Prinsip kerja alat XRF adalah sebagai berikut : sinar-x fluoresensi yang dipancarkan oleh sampel dihasilkan dari penyinaran sampel dengan sinar-x primer dari tabung sinar-x (X-Ray Tube), yang dibangkitkan dengan energi listrik dari sumber tegangan sebesar 1200 volt. Bila radiasi dari tabung sinar-x mengenai suatu bahan maka elektron dalam bahan tersebut akan tereksitasi ke tingkat energy yang lebih rendah, sambil memancarkan sinar-x karakteristik. Sinar-x karakteristik ini ditangkap oleh detektor diubah ke dalam sinyal tegangan (*voltage*), diperkuat oleh Preamp dan dimasukkan ke analizer untuk diolah datanya^[3]. Energi maksimum sinar-x primer (keV) tergantung pada tegangan listrik (kVolt) dan kuat arus (μAmpere). Fluoresensi sinar-x tersebut dideteksi oleh detektor SiLi. Pada gambar 4 ditunjukkan skema analisis sistem menggunakan DX-95.



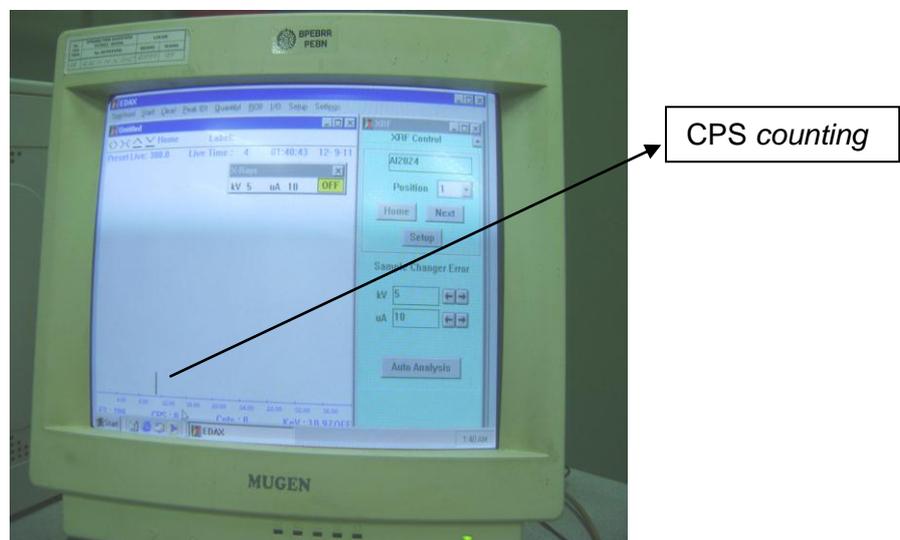
Gambar 4. Skema Spektrometer XRF DX-95

Metode Analisis Kerusakan

1. Pengamatan Secara Visual

1.a. Ketidakstabilan *Counting*

Ketika XRF dinyalakan, pada monitor muncul tampilan *display* untuk langkah pengoperasian XRF. Pada tampilan *counter* pada layar monitor bagian bawah terlihat angka bergerak acak hingga nilai cacah mencapai 6 digit. Seharusnya pada keadaan normal, *counter* menunjukkan hanya pada kisaran 0 s/d 10 cps. Hal ini membuktikan ada gangguan pada bagian deteksi.



Gambar 5. Tampilan Layar Monitor XRF

Kerusakan kemungkinan terjadi pada sumber tegangan tinggi detektor (HV bias detektor), sistem pendingin detektor (dewar), ataupun pada detektornya.

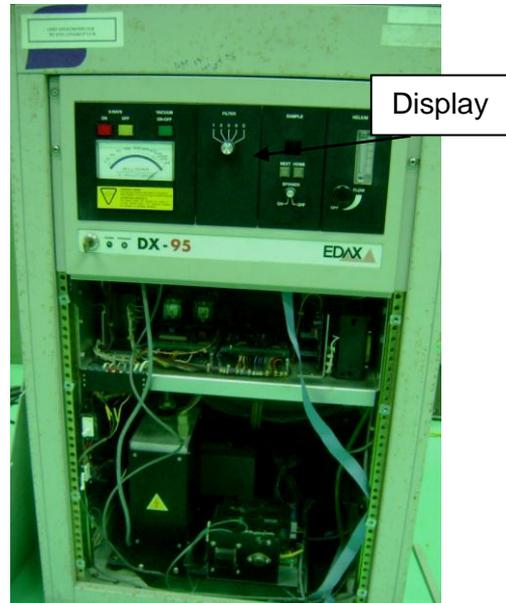
1.b. *Spinner Sample Holder* Yang Berputar Terus Menerus

Ketika XRF dioperasikan, *spinner sample holder* dengan *holder* (tempat sampel) yang berjumlah 10 lubang pada satu piringan akan bergerak menuju posisi *holder* 1 dan dan berhenti secara otomatis pada posisi 1. Tampilan posisi yang dapat dibaca pada layar monitor dan tampilan pada *display* digital pada DX-95 akan menunjukkan angka yang sama. Pada kenyataannya terdapat perbedaan antara tampilan pada layar monitor dan posisi holder yang ditunjukkan oleh *display* digital

pada DX-95. *Display* digital pada DX-95 mengalami kerusakan *short circuit*. Kondisi ini menunjukkan terjadinya kerusakan pada sistem penggerak sample holder dan display.



Gambar 6. Spinner Sample Holder



Gambar 7. DX-95

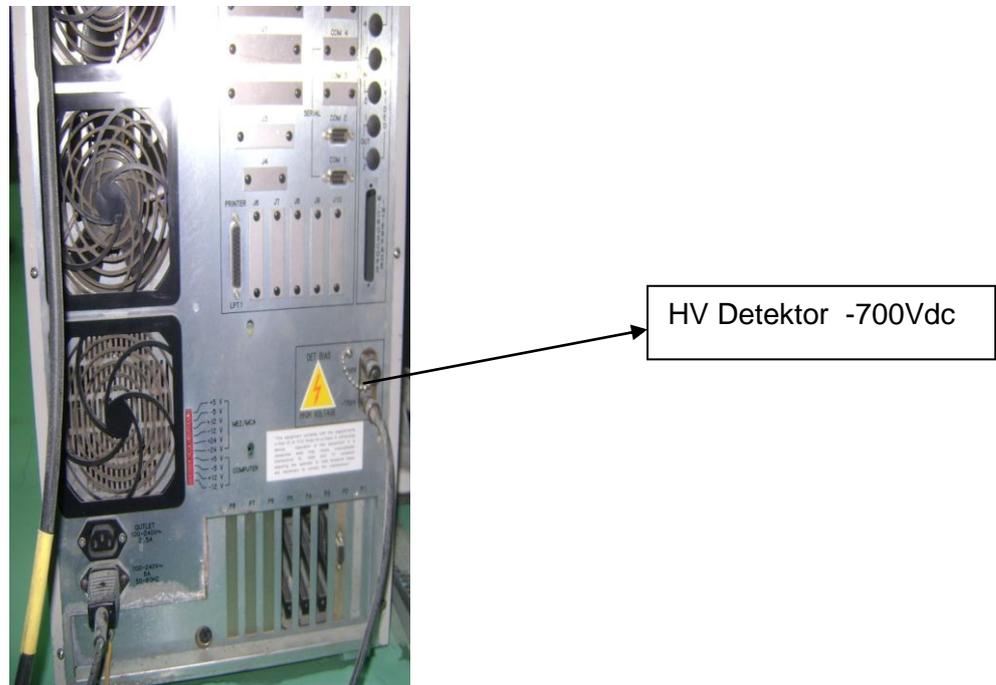
Hasil pengamatan untuk modul *spinner* didapatkan tetesan air hasil kondensasi dari dewar yang berisi nitrogen cair yang terletak pada bagian atas modul. Tetesan air tersebut jatuh mengenai papan rangkaian modul *spinner*. Kerusakan kemungkinan terjadi karena adanya *short circuit* sehingga menyebabkan kerusakan komponen pada modul, terutama pada IC, yang menyebabkan penunjukan pada display berbeda dengan posisi sample.

2. Metoda Pengukuran

2.a. Pengukuran Tegangan Bias Detektor

Detektor yang digunakan pada alat XRF adalah detektor Si-Li yang mempunyai tegangan kerja -700 Vdc yang dibangkitkan oleh rangkaian elektronik dengan penguat akhir menggunakan trafo *step up*. Hasil pengukuran menggunakan multimeter menunjukkan bahwa nilai tegangan berkisar pada -200 Vdc s/d -300 Vdc dan tidak stabil. Sedangkan pengukuran tegangan input menunjukkan tegangan catu sudah tersedia (220 Vac). Pengujian detektor juga dilakukan dengan memberikan tegangan

luar yang berfungsi sebagai pengganti tegangan bias detektor yang besarnya bisa diatur.



Gambar 8. Sumber Pembangkit Tegangan Tinggi (Bagian Belakang DX-4)

2.b. Pengukuran Modul *Spinner*

Modul *spinner* berfungsi untuk menggerakkan motor ac, *counter holder*, tampilan posisi *sample holder* dan hubungan *interface* ke komputer. Kerusakan akibat *short circuit* menyebabkan beberapa IC *counter* dan IC *oscilator* rusak/tidak berfungsi. Kerusakan juga terjadi pada *display* digital 4 bit. Ketika dilakukan pengukuran tegangan kerja untuk IC, tegangan kerja IC menunjukkan nilai sebesar 5 Vdc, sedangkan tegangan kerja untuk motor menunjukkan nilai sebesar 120 Vac. Hal ini menunjukkan kedua tegangan kerja tersebut sudah sesuai dengan persyaratan operasi alat.

2.c. Pengujian Pulsa

Untuk memastikan adanya kerusakan pada detektor, dilakukan pengukuran pulsa pada rangkaian *preamp*, indikasi pengukuran dapat dilihat pada monitor *osciloscop*. Pemberian pulsa sinus menggunakan *pulse Generator* diberikan pada *input preamp* digunakan sebagai pengganti pulsa detektor, sedangkan pulsa *output*

rangkaian dilihat menggunakan *oscilloscop*. Pulsa *output* ini juga dapat dilihat pada monitor dalam bentuk *counting*.

Pembahasan dan Hasil

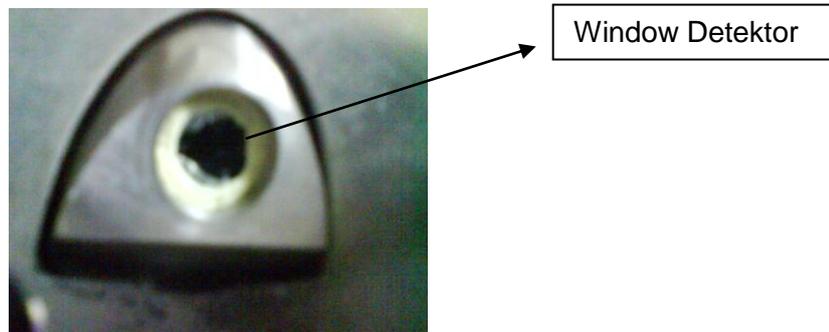
1. Penyebab Kerusakan Modul Spinner

Berputarnya *spinner sample holder* terus menerus terjadi akibat adanya *short circuit* pada rangkaian sehingga menyebabkan rusaknya beberapa komponen elektronik pada modul *spinner*. *Short circuit* juga merusak *display* yang terletak pada DX-95 sehingga tidak ada tampilan posisi *spinner* pada *display*, sedangkan pada monitor memberikan informasi yang salah karena kerusakan pada IC *counter*. Rusaknya komponen pada *spinner* juga mengakibatkan komunikasi data *interface* rusak sehingga posisi *sample holder* yang ditampilkan pada monitor tidak sesuai dengan posisi *sample holder* yang telah diprogram oleh komputer. Perintah pengaturan pada keyboard komputer tidak dapat direspon oleh modul *spinner* sehingga *sample holder* tidak berfungsi.

2. Penyebab Kerusakan Detektor

Kegagalan fungsi detektor diawali oleh adanya kerusakan pada *limit switch* pada tabung dewar yang berisi nitrogen cair sebagai media pendingin detektor. Kondisi detektor pada saat alat beroperasi maupun tidak beroperasi harus selalu terendam nitrogen cair dengan jumlah yang cukup. Hal ini untuk mengantisipasi penurunan kemampuan detektor untuk periode jangka panjang. Detektor yang bekerja menggunakan tegangan kerja -700 Vdc harus dipastikan dalam keadaan terendam oleh nitrogen cair yang dapat diketahui melalui indikator level nitrogen melalui bunyi alarm. *Limit switch* sebagai indikator level nitrogen dalam tabung tidak berfungsi sehingga pada waktu-waktu tertentu kemungkinan kekurangan nitrogen cair pada tabung dewar tidak terkontrol. Akibat kekurangan nitrogen yang tidak terkontrol mengakibatkan sering timbulnya data counter yang tinggi padahal XRF belum dioperasikan. Pengaruh tegangan yang tinggi tidak dapat dimoderasi oleh kecukupan nitrogen, sehingga mengakitnya terjadinya suhu yang tinggi sehingga dapat merusak detektor yang seharusnya bekerja pada suhu ideal sesuai yang dipersyaratkan. Akumulasi kejadian tersebut akhirnya merusak bahan detektor (SiLi).

Penyebab yang lain adalah pengujian- pengujian sample yang mengandung kadar asam. Sample dengan kadar asam ketika ditembak oleh X-Ray primer menghasilkan gas-das yang tersebar dalam ruang sample dan menempel pada window detektor, akumulasi kejadian ini mengakibatkan window menjadi korosif dan rusak (berlubang) kemudian tingkat kevakuman detektor hilang dan semua partikel lingkungan yang masuk ke window di deteksi sebagai partikel radiasi, yang selanjutnya dibaca sebagai jumlah cacahan, sehingga mengakibatkan detektor tidak dapat digunakan lagi.



Gambar 9. Penampang Window Detektor

Kesimpulan

Kerusakan XRF meliputi dua hal yaitu, kerusakan pada modul *spinner* dan kerusakan fungsi detektor. Kerusakan pada IC *counter* menyebabkan tampilan posisi *sampel holder* pada monitor tidak sesuai dengan posisi *sampel holder* yang dikontrol oleh komputer. Kerusakan pada modul *spinner* menyebabkan tampilan pada *display* pada DX-95 terganggu, terjadi karena adanya kondensasi pada tabung nitrogen cair yang menetes ke papan rangkaian. Kerusakan pada modul *spinner* terletak pada IC yang jumlahnya mencapai 14 buah. Sedangkan kerusakan detektor terjadi pada limit switch dan *window* yaitu bagian muka pada penampang detektor disebabkan oleh sampe-sample yang mengandung asam yang menyebabkan korosi pada *window* yang mengakibatkan detektor berlubang pada bagian muka, dimana bagian ini adalah bagian terlemah pada detektor tersebut. sehingga banyak partikel yang masuk ke detektor yang terbaca sebagai nilai cps dalam proses deteksinya. Kerusakan awal disebabkan tidak berfungsinya *limit switch* pada tabung nitrogen yang mengakibatkan detektor tidak bekerja pada suhu ideal yang dipersyaratkan. Perbaikan pada detektor dan modul *spinner* diharapkan dapat memperbaiki spektrometer XRF. Penggantian *limit switch* harus dilakukan sebagai penyebab pertama kerusakan pada detektor.

Daftar Pustaka

1. Rosika K., Arif Nugroho, “ Aplikasi XRF (X-Ray Fluorescence) Untuk Analisa Unsur Dalam Bahan”, Prosiding Pertemuan Ilmiah Nasional & Expo IPTEK MIPA 2005, FMIPA-UI Depok, 24-26 November 2005
2. Manual EDXRF DX-95, Pusat Elemen Bakar Nuklir (PEBN), 1993.
3. Rosika K., Dian A., Djoko K., “Pengujian Kemampuan XRF Untuk Analisis komposisi Unsur Paduan Zr-Sn-Cr-Fe-Ni”, Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir, Pusat Teknologi Nuklir bahan dan radiometri (PTNBR) BATAN, Bandung, 17 – 18 Juli 2007
4. Rosika Kriswarini, “Analisis Unsur Besi Menggunakan Spektrometer Floresensi Sinar-X”, URANIA, April 2005 No. 42/ Thn XI, hal. 29 s/d 34, ISSN 0852-4777. Ariyanto, Sudi, H.Kamioki, “Application of X-Ray Fluorescence in Industry”, BATAN-JAERI Training Course on Radiation Measurement and Nuclear Spectroscopy, 2002.
5. Hendriyanto, H.Tominaga, “Application of Nuclear Technique in Industry”, BATAN-JAERI Training Course on Application of Nuclear Technique in Industry”, 2004.