

## PENGUJIAN UNJUK KERJA *SAMPLE HOLDER* XRF EPSILON 5

Djoko Prakoso Dwi Atmodjo, Dadang Suryana, Hengki Wibowo.

Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri – BATAN  
Jln. Tamansari No 71, Bandung – 40132  
Email: djoko\_prakoso@batan.go.id

### ABSTRAK

**PENGUJIAN UNJUK KERJA *SAMPLE HOLDER* XRF EPSILON 5.** *X-Ray Fluorescence* (XRF) merupakan teknik analisis nuklir untuk analisis unsur, baik secara kualitatif maupun kuantitatif. XRF memiliki beberapa keunggulan diantaranya non-destruktif, multi-unsur, cepat, minimum preparasi, dan akurat. Saat ini aplikasi XRF telah digunakan secara luas di berbagai bidang seperti industri, lingkungan, kesehatan sampai bidang arkeologi. Laboratorium Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri (PTNBR) memiliki XRF Epsilon 5, merupakan tipe *Energy Dispersive X-Ray Fluorescence* (EDXRF) yang digunakan untuk analisis sampel filter partikulat udara. XRF Epsilon 5 dilengkapi dengan *sample changer* otomatis. Sampel filter yang dianalisis berdiameter 47 mm dan 25 mm, diletakkan pada *sample holder* dan disusun di atas rak dengan urutan tertentu. Lubang yang dilalui *X-Ray* pada *Sample holder* buatan pabrik berukuran diameter 22 mm pada bagian luar dan 28 mm pada bagian dalam. Ukuran tersebut sesuai untuk filter diameter 47 mm namun tidak dapat digunakan untuk filter diameter 25 mm karena ukuran diameter yang hampir sama sehingga pada saat analisis, dikhawatirkan filter tersebut akan lepas dari *holder* lalu masuk ke dalam sistem vakum detektor dan dapat mengganggu sistem kerja alat. Untuk mengatasi hal tersebut, telah dibuat *sample holder* dengan bahan yang relatif sama dengan pabrik, namun memiliki diameter yang telah dimodifikasi sebesar 1,9 mm bagian luar dan 20 mm bagian dalam sehingga sesuai untuk analisis filter dengan diameter 25 mm. Untuk menguji unjuk kerja *sample holder* buatan PTNBR, dilakukan pengukuran SRM NIST 2783 *air particulate on filter media* menggunakan *sample holder* standar pabrik dan *sample holder* buatan PTNBR kemudian hasil pengukuran dari kedua *sample holder* tersebut dibandingkan. Dari hasil pengukuran SRM tersebut, diperoleh 12 unsur Al, Si, S, K, Ca, Ti, Mn, Fe, Cu, Zn, Mg dan Ni dengan rentang akurasi 92-106%. Adapun rasio antara hasil pengukuran menggunakan *filter holder* buatan PTNBR dengan buatan pabrik berada pada rentang 0,93 – 1,09 dan nilai rasio tersebut menunjukkan ada kesesuaian hasil antara kedua *holder*. Dari hasil-hasil tersebut, dapat dinyatakan bahwa unjuk kerja *sample holder* baik dan dapat digunakan untuk pengukuran sampel filter dengan diameter 47 mm maupun 25 mm.

Kata kunci: unjuk kerja, *sample holder*, XRF, diameter

### ABSTRACT

**PERFORMANCE TESTING OF *SAMPLE HOLDER* XRF EPSILON 5.** *X-Ray Fluorescence* (XRF) is a nuclear analytical technique for elemental analysis, both qualitatively and quantitatively. XRF has several advantages including non-destructive, multi-element, fast, minimum preparation, and accurate. Current XRF applications have been used widely in various fields such as industry, environment, health to the field of archeology. Laboratory of Nuclear Material and Technology Center Radiometric (PTNBR) has XRF Epsilon 5, a type of Energy Dispersive X-Ray Fluorescence (EDXRF) were used for the analysis of air particulate filter samples. Epsilon 5 XRF equipped with automatic sample changer. Analyzed filter samples with diameter 47 mm and 25 mm, were placed on the sample holder and arranged on a shelf in a certain order. The hole which X-Ray irradiated through on the sample holder manufactured with diameter 22 mm on the outside and 28 mm on the inside. Appropriate for a filter with diameter 47 mm, but can not be used for filter with diameter 25 mm, since it is almost the same size so that at the time of the analysis, it is feared will be separated

*from the filter holder and into the detector vacuum system and can interfere with work system tools. To overcome this, the sample holder was made from materials that are relatively similar with the factory, but has been modified the diameter 1.9 mm outer and 20 mm inner, so it is suitable for analysis for filter with diameter 25 mm. To test the performance of the sample holder made PTNBR, NIST SRM 2783 air particulate on filter media was measured using a standard sample holder and sample holder made PTNBR then the results of the second sample holder measurements are compared. The SRM measurement results, detected 12 elements Al, Si, S, K, Ca, Ti, Mn, Fe, Cu, Zn, Mg and Ni with an accuracy range of 92-106%. The ratio between the results of measurements made using the filter holder PTNBR with factory-made in the range from 0.93 to 1.09 and the value of the ratio indicates there is an agreement between the results of the second holder. From these results, it can be stated that the performance of modified sample holder were good and it can be used for measurements of filter with diameter 47 mm and 25 mm.*

**Keywords:** performance, sample holder, XRF, diameter.

## 1. PENDAHULUAN

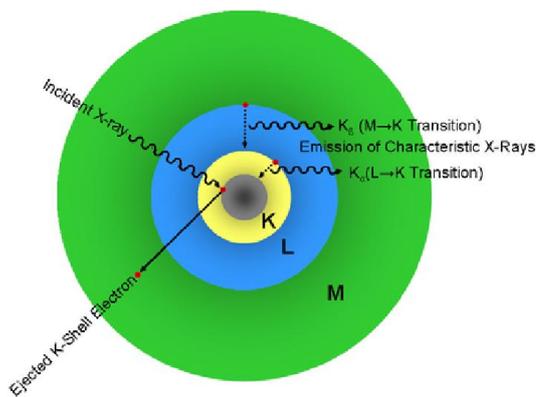
X-Ray Fluorescence (XRF) adalah metode analisis untuk menentukan komposisi kimia dari semua jenis bahan. Bahan dapat berupa padat, cair, bubuk atau lainnya[1]. XRF dapat juga digunakan untuk menentukan ketebalan dan komposisi lapisan. Keunggulan metode ini adalah cepat, akurat dan non-destruktif, dan biasanya hanya membutuhkan minimal preparasi sampel. Selain keunggulan tersebut, metode ini memiliki aplikasi yang cukup luas mencakup analisis logam, semen, minyak, polimer, industri plastik dan makanan, pertambangan, mineralogi dan geologi, analisis air dan bahan limbah[1]. Saat ini aplikasi XRF telah digunakan secara luas di berbagai bidang seperti industri, lingkungan, kesehatan sampai bidang arkeologi. Sistem spektrometer XRF dapat dibagi menjadi dua kelompok yaitu sistem dispersi energi (EDXRF) dan sistem dispersi panjang gelombang WD-XRF)[2]. Laboratorium Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri (PTNBR) memiliki XRF Epsilon 5, merupakan tipe *Energy Dispersive X-Ray Fluorescence* (EDXRF) yang digunakan untuk analisis sampel filter partikulat udara. PTNBR memilih XRF tipe Epsilon 5 adalah karena energi dispersif spektrometer XRF pada Epsilon 5 telah terintegrasi, yang unggul dalam analisis media untuk logam berat, dengan tegangan 100 kV merupakan sumber eksitasi dan polarisasi jalur optik yang memberikan batas deteksi dalam kisaran rendah sekitar ng/cm<sup>2</sup> untuk sebagian unsur[2]. XRF Epsilon 5 dilengkapi dengan *sample changer* otomatis, dan *sample holder* khusus untuk filter partikulat udara halus dengan ukuran diameter 47 mm dan 25 mm. Spesifikasi standar dari pabrik untuk *sample holder*

memiliki ukuran diameter 22 mm untuk bagian luar dan 28 mm untuk bagian dalam. Ukuran tersebut sesuai untuk filter dengan diameter 47 mm, tetapi kurang sesuai untuk filter dengan diameter 25 mm, sehingga diperlukan *sample holder* yang memiliki diameter lebih kecil dari diameter filter tersebut. Untuk mengatasi hal tersebut, PTNBR membuat *sample holder* dengan bahan yang relatif sama tetapi memiliki diameter lebih kecil dari 28 mm, oleh karena itu untuk menjamin validitas hasil analisisnya perlu dilakukan pengujian unjuk kerja dari *sample holder* buatan PTNBR. Pengujian dilakukan dengan menggunakan SRM NIST 2783 *air particulate on filter media* terhadap kedua *sample holder* dengan parameter pengujian meliputi akurasi dan rasio hasil analisis dari kedua *sample holder*.

## 2. DASAR TEORI

Unsur-unsur yang dapat dianalisis oleh ED-XRF berdasarkan tabel unsur adalah mulai dari Natrium hingga ke Uranium (Na ke U) dengan konsentrasi dapat lebih kecil dari ppm, sehingga melihat dari kemampuan dan ketepatan deteksi XRF yang sangat tinggi apabila melakukan analisis tidak tersedianya standar itu bukanlah menjadi sebuah masalah, tetapi jika ingin mendapatkan hasil yang sangat akurat direkomendasikan tersedianya standar yang baik[2]. Secara umum, unsur-unsur dengan nomor atom tinggi memiliki kemampuan deteksi yang lebih baik daripada unsur yang lebih ringan, dengan waktu pembacaan atau pengukuran tergantung pada jumlah elemen yang akan ditentukan dan penambahan waktu untuk akurasi dengan variasi waktu antara detik

hingga 30 menit dan waktu analisis setelah pengukuran hanya beberapa detik saja[2]. Dalam XRF, sumber X-Ray yang dihasilkan oleh tabung X-Ray digunakan untuk meradiasi sampel, sehingga unsur-unsur yang muncul dalam sampel akan memancarkan radiasi X-Ray neon dan energi diskrit, seperti pada warna untuk cahaya optik apabila energi yang dipancarkan berbeda adalah sama dengan warna untuk cahaya optik akan berbeda dan itu merupakan ciri khas untuk unsur-unsur[2]. Prinsip XRF seperti yang ditampilkan pada Gambar 1.

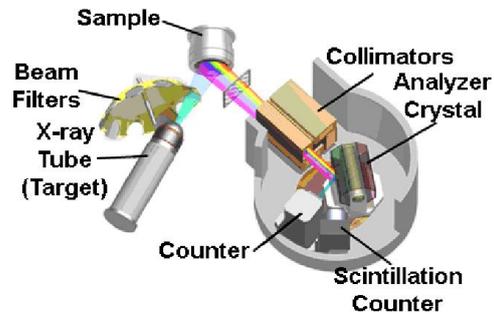


Gambar 1. Prinsip XRF [1]

Pada Gambar 1 merupakan prinsip bagaimana terjadinya reaksi X-Ray terhadap sampel yang dianalisis menggunakan XRF. Selama terjadinya reaksi X-Ray, elektron bergerak dari tingkat energi yang lebih tinggi untuk mengisi kekosongan yang ditimbulkan oleh pelepasan elektron, sehingga menimbulkan perbedaan energi antara dua kulit yang kemudian muncul sebagai X-Ray dan dipancarkan oleh atom. Spektrum X-Ray yang diperoleh selama proses di atas memunculkan sejumlah puncak energi karakteristik, yang kemudian energi dari puncak tersebut mengarah ke identifikasi unsur yang muncul dalam sampel (analisis kualitatif), dan intensitas puncak menyediakan relevan atau absolut konsentrasi unsur (semi-kuantitatif atau kuantitatif analisis). Sistem rangkaian spektroskopi XRF seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.

Gambar 2 menunjukkan sistem rangkaian spektroskopi XRF termasuk sumber radiasi primer (biasanya radioisotop atau tabung X-Ray) dan peralatan untuk mendeteksi X-ray sekunder. Produsen peralatan khusus akan

memiliki pengaturan yang sedikit berbeda dari pilihan yang tersedia (seperti filter, kolimator, dan menganalisis kristal)[4]. Kontrol dan perangkat lunak analitis juga bervariasi antara instrumen dan sering tidak saling kompatibel dengan vendor atau pabrikan lainnya.

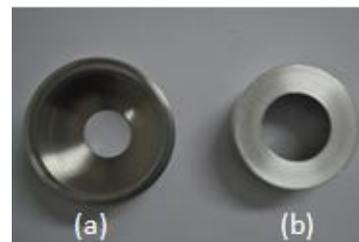


Gambar 2. Sistem rangkaian spektroskopi XRF[1]

### 3. TATA KERJA

#### a. Bahan dan Alat

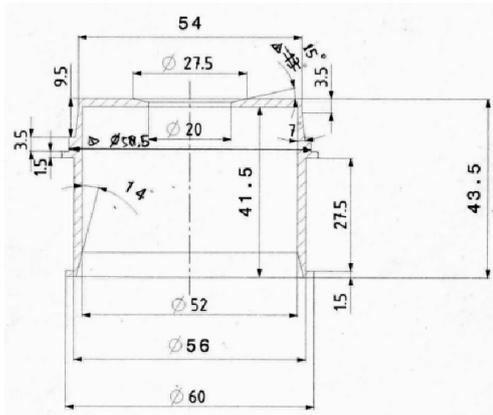
Bahan yang digunakan dalam kegiatan ini meliputi SRM NIST 2783 *air particulate on filter media* yang berdiameter 47 mm, dan Bahan *sample holder* yang digunakan adalah *stainless steel* untuk bagian luar dan aluminium untuk bagian dalam, seperti ditampilkan pada Gambar 3. Adapun peralatan utama yang digunakan adalah EDXRF Epsilon 5. Gambar 3 merupakan *sample holder* bagian luar dan dalam buatan pabrik yang digunakan khusus untuk sampel filter partikulat udara dengan diameter diatas 28 mm.



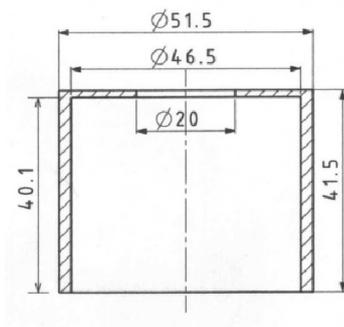
Gambar 3.(a) *Sample holder* bagian luar dan (b) *sample holder* bagian dalam

Spesifikasi pembuatan *sample holder* buatan PTNBR bagian luar dan dalam ditampilkan pada Gambar 4 dan 5. Gambar 4 merupakan skema untuk *sample holder* bagian luar dan Gambar 5 merupakan skema untuk *sample holder* bagian

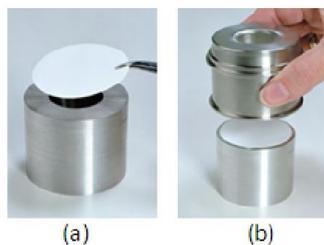
dalam. Fungsi dari *sample holder* bagian luar adalah sebagai wadah untuk meletakkan filter partikulat udara yang akan dianalisis, sedangkan *sample holder* bagian dalam berfungsi untuk menjepit dengan memberikan beban pada filter yang akan dianalisis agar filter tidak berubah posisi.



Gambar 4. Skema *sample holder* bagian luar



Gambar 5. Skema *sample holder* bagian dalam



Gambar 6. Cara penggunaan *sample holder* untuk filter partikulat udara[2]

Cara penggunaan *sample holder* tersebut ditampilkan pada Gambar 6. Pada Gambar 6

ditunjukkan cara penggunaan *sampler holder* untuk filter partikulat udara dengan meletakkan filter yang akan dianalisis pada *sample holder* bagian dalam (seperti yang terlihat pada gambar 6a), kemudian filter ditutup oleh *sample holder* bagian luar seperti yang terlihat pada gambar 6b. setelah itu posisi *sampel holder* dibalik dan diletakkan pada tray (wadah) yang telah tersedia pada XRF Epsilon 5, seperti yang terlihat pada Gambar 7.



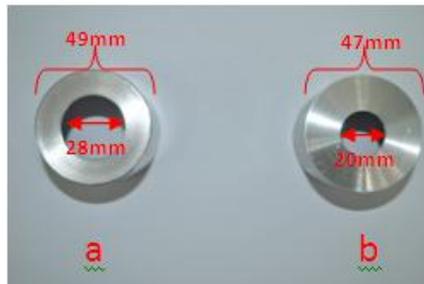
Gambar 7. XRF Epsilon 5[2]

Kedua *sample holder* baik buatan pabrik maupun PTNBR dilakukan pengujian unjuk kerja dengan parameter akurasi dan penentuan rasio hasil analisis. Penentuan akurasi dilakukan dengan mengukur SRM NIST 2783. Sebagai standar untuk membandingkan dan validasi hasil antara pengukuran menggunakan *sample holder* buatan pabrik dan buatan PTNBR. Hasil dari pengukuran tersebut kemudian di buat tabel dan diagram untuk melihat perbandingan hasil akurasi dan rasio *sample holder* buatan PTNBR, sehingga memastikan pengukuran menggunakan *sample holder* buatan PTNBR adalah valid.

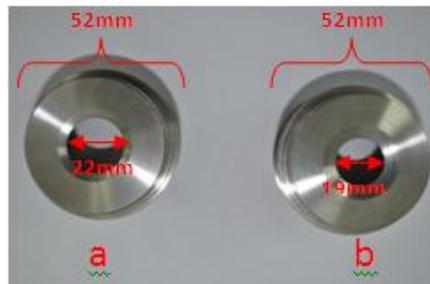
#### 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

*Sample holder* merupakan salah satu perangkat keras pendukung yang sangat menentukan terhadap berjalannya fungsi dari XRF Epsilon 5, sehingga ada bagian tertentu pada *sample holder* yang sudah didesain agar sesuai dengan tangan robotik yang berada pada Epsilon 5. Desain dan bentuk *sample holder* disesuaikan dengan aslinya, hanya diameter

lubang pada *sample holder* bagian luar dan dalam yang akan dilewati X-Ray menuju sampel diperkecil, sehingga tidak merubah sedikit pun fungsi dari *sample holder* tersebut dan tetap sesuai penggunaannya untuk XRF Epsilon 5. Perbedaan *sample holder* buatan pabrik dan buatan PTNBR seperti yang ditampilkan pada Gambar 8 dan 9.



**Gambar 8. (a) *sample holder* bagian dalam buatan pabrik dan (b) *sample holder* bagian dalam buatan PTNBR**



**Gambar 9. (a) *sample holder* bagian luar buatan pabrik dan (b) *sample holder* bagian luar buatan PTNBR**

Gambar 8a menunjukkan *sample holder* bagian dalam buatan pabrik dengan diameter cangkir dan diameter lubang sebesar 49 mm dan 28 mm, sedangkan pada gambar 8b adalah *sample holder* bagian dalam buatan PTNBR dengan diameter cangkir dan diameter lubang sebesar 47 mm dan 20 mm. Besar perbedaan diameter antara *sample holder* bagian dalam buatan pabrik dengan buatan PTNBR adalah sebesar 2 mm untuk diameter cangkir dan 8 mm diameter lubang. Perbedaan diameter *sample holder* bagian dalam yang terbesar terdapat pada diameter lubang yang dilalui X-Ray telah diperkecil, agar filter yang berukuran 25 mm tidak lolos dari lubang tersebut. *Sample holder* bagian dalam dibuat menggunakan bahan yang

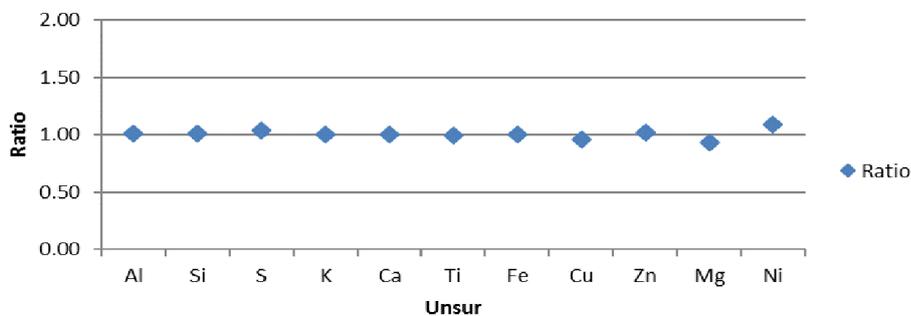
relatif sama dengan buatan pabrik yaitu aluminium agar tidak banyak perbedaan antara buatan pabrik dengan buatan PTNBR. Pada Gambar 9a merupakan *sample holder* bagian luar buatan pabrik dengan diameter cangkir dan diameter lubang sebesar 52 mm dan 22 mm, sedangkan pada gambar 9b adalah *sample holder* bagian luar buatan PTNBR dengan diameter cangkir dan diameter lubang sebesar 52 mm dan 19 mm. perbedaan diameter *sample holder* bagian luar buatan pabrik dan buatan PTNBR hanya terdapat pada diameter lubang yang dilalui X-Ray sebesar 3 mm, terdapatnya perbedaan tersebut dengan tujuan agar filter tidak mudah lolos ketika dilakukannya analisis menggunakan filter 25 mm, sedangkan untuk diameter cangkir dibuat dengan ukuran yang sama dengan tujuan agar tangan robotic yang ada pada XRF Epsilon 5 tetap dapat memegang kuat pada saat penggantian sampel. *Sample holder* bagian luar juga dibuat menggunakan bahan yang relatif sama dengan buatan pabrik yaitu *stainless steel* agar tidak banyak perbedaan antara buatan pabrik dengan buatan PTNBR.

Untuk menjamin validitas hasil analisis, maka dilakukan pengujian akurasi atau bias relatif dan penentuan rasio hasil analisis menggunakan *sample holder* buatan PTNBR dengan *sample holder* buatan pabrik. Pada Tabel 1 menunjukkan hasil pengukuran SRM NIST 2783 diameter 47 mm menggunakan *sample holder* buatan pabrik dan buatan PTNBR pada XRF Epsilon 5. Dari hasil yang terlihat pada tabel tersebut tidak ada perbedaan yang signifikan antara *sample holder* buatan pabrik dan buatan PTNBR, sehingga dapat dikatakan *sample holder* buatan PTNBR dapat menjamin hasil dari pengukuran filter 25 mm pada XRF Epsilon 5. Agar dapat terlihat lebih jelas antara perbedaan hasil dari pengukuran menggunakan *sample holder* buatan pabrik dan buatan PTNBR maka dibuat diagram rasio seperti yang terlihat pada Gambar 10.

Pada Gambar 10 terlihat diagram rasio hasil pengukuran SRM NIST 2783 diameter 47 mm menggunakan XRF Epsilon 5. Pengukuran menggunakan *sample holder* buatan pabrik dan buatan PTNBR dengan hasil yang tampak pada Tabel 1 adalah kadar dari 12 unsur yang kemudian dibandingkan dengan nilai sertifikat. Pada tabel tersebut jelas terlihat hampir tidak ada perbedaan (sangat kecil) antara hasil pengukuran menggunakan *sample holder* buatan pabrik dan buatan PTNBR, sehingga dapat disimpulkan bahwa analisis filter partikulat udara 25 mm menggunakan *sample holder* yang diperkecil pada XRF Epsilon 5 adalah valid

Tabel 1. Hasil pengukuran SRM NIST 2783 air particulate on filter media

Elements	Sertifikat	Buatan Pabrik	%Akurasi	Buatan PTNBR	%Akurasi
	(ng/cm <sup>2</sup> )				
Al	2330,321	2281,345	98%	2249,866	97%
Si	5883,534	5848,555	99%	5769,443	98%
S	105,422	109,373	104%	105,556	100%
K	530,120	554,689	105%	555,988	105%
Ca	1325,301	1330,848	100%	1325,776	100%
Ti	149,598	150,832	101%	152,198	102%
Mn	32,129	35,925	112%	29,514	92%
Fe	2660,643	2444,262	92%	2436,73	92%
Cu	40,562	37,674	93%	39,215	97%
Zn	179,719	194,131	108%	190,799	106%
Mg	865,462	777,205	90%	836,83	97%
Ni	6,827	7,81	114%	7,169	105%



Gambar 10. Rasio SRM NIST 2783 air particulate on filter media

## 5. KESIMPULAN

Analisis SRM NIST 2783 air particulate on filter media diameter 47 mm menggunakan sample holder buatan PTNBR memiliki hasil yang tidak jauh berbeda dengan hasil analisis yang dilakukan menggunakan sample holder buatan pabrik. Modifikasi sampel holder ini membuat analisis sampel filter dengan diameter 25 mm dapat dilakukan, yang sangat menunjang penelitian terkait pencemaran udara.

## 6. UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih sebesar-besarnya kepada seluruh personil Teknik Analisis dan Radiometri atas bantuan dan kerjasamanya sehingga penelitian ini dapat terlaksana dengan baik.

## 7. DAFTAR PUSTAKA

1. **Stephenson & Associates**, Inc. Advanced Materials and Technology
2. **Pieter Brouwer**. Theory of XRF 2nd ed. Almelo, Amsterdam: Panalytical BV;2006
3. National Institute of Science and Technology. Certificate of Standard Reference Material NIST 2783 Air Particulate Matter on filter media;2008
4. **Anonymous**. Panalytical Epsilon 5 Technical Specification
5. **Anonymous**, Analysis of low concentration of toxic heavy elements in polyolefins using the TOXEL standards, Panalytical, 2011