

## PENGGUNAAN METODE INTENSITAS SINAR-X KARAKTERISTIK RELATIF Cr, Mn DAN Ni TERHADAP Fe PADA ANALISIS KANDUNGAN Cr, Mn DAN Ni, DALAM PADUAN BESI

Yusuf Nampira dan Rosika Kriswarini

P2TBDU – BATAN

### ABSTRAK

Penggunaan metode intensitas sinar-x karakteristik relatif Cr, Mn dan Ni terhadap Fe pada analisis kandungan Cr, Mn dan Ni dalam paduan besi telah dilakukan untuk mengurangi pengaruh faktor perbedaan ukuran sampel, dan faktor ketidak stabilan parameter listrik pembangkit sinar-x dari tabung sinar-x. Kandungan Cr, Mn dan Ni dalam bahan SS (SUS-316) dianalisis berdasarkan pada pengukuran intensitas sinar-x karakteristik Cr, Mn, Ni dan Fe yang dihasilkan dari penembakan sinar-x dari sumber yang dibangkitkan dengan tegangan 12 kV dan kuat arus listrik 100  $\mu$ A. Analisis ini dilakukan dalam ruang analisis bertekanan atmosfer 300 mtorr dan sampel yang dianalisis mempunyai luas antara 0,27 sampai 3,80  $\text{cm}^2$ . Analisis menggunakan metode relatif intensitas sinar-x karakteristik Cr, Mn, dan Ni terhadap Fe memberikan hasil dengan ketelitian 96% dari pengukuran sampel dengan luas diatas 1,56  $\text{cm}^2$  dan kandungan unsur dalam bahan diatas 1%. Hasil analisis dengan metode ini juga tangguh terhadap perbedaan tegangan 3 kV dan tidak terpengaruh oleh perbedaan kuat arus listrik pembangkit sumber sinar-x.

### ABSTRACT

The use of the intensity relative method of Cr, Mn and Ni to Fe characteristic x-rays at Cr, Mn and Ni analysis in iron alloy. The use of the intensity relative method of Cr, Mn and Ni to Fe characteristic x-rays at the Cr, Mn and Ni analysis in iron alloy have been done to lessen influence of factor of difference of size sample measured, and instability of power electric of generating of x-ray from Mo- x-ray tube. The Cr, Mn and Ni contents in the stainless steel (SUS 316) was analyzed by measurement of intensity of Cr, Mn, Ni and Fe characteristic x-rays yielded from shooting of x-ray source awakened by 100  $\mu$ A strength of electric current and voltage is 12 kV. This analyses was done in 300 mtorr of atmospheric pressure of analyze chamber and sample was analyzed having wide between 0,27 until 3,80  $\text{cm}^2$ . Analyze to use method of relative of intensity of Cr, Mn and Ni to Fe characteristic x-rays give result with correctness 96% from measurement of sample broadly above 1,56  $\text{cm}^2$  and content of element in the material above 1%. Result analyze with this method also delay to difference of tension 3 kV and is not affected by strong differences of current of electric of generating of x-ray source.

### PENDAHULUAN

Paduan besi tahan karat banyak digunakan pada sarana dukung fasilitas nuklir. Bahan yang digunakan mempunyai spesifikasi tertentu. Penerimaan bahan yang dibutuhkan didasarkan pada dokumen penyerta bahan dan dilakukan verifikasi melalui beberapa pengujian mekanik dan analisis komposisi unsur kimia bahan yang bersangkutan. Analisis unsur kimia dalam bahan dilakukan dengan cara merusak (melalui proses pelarutan) dan cara tidak merusak (analisis secara langsung dan tidak melalui proses pelarutan). Diantara metode analisis yang dapat digunakan dalam penentuan unsur kimia diantaranya metode fluoresensi sinar-x.

Prinsip dasar metode ini adalah mengukur sinar-x karakteristik yang dihasilkan dari peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik ini terjadi karena elektron dalam atom target (*sample*) terkena sinar berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-x). Bila energi sinar tersebut lebih tinggi dari energi ikat elektron dalam kulit K, L atau M dari atom target akan menyebabkan elektron tersebut keluar dari orbitnya. Hal ini akan terjadi kekosongan elektron, yang kemudian akan diisi oleh elektron dari orbital di atasnya serta diikuti dengan pelepasan energi yang berupa sinar-x. Sinar-x ini mempunyai spektrum sinambung dan spektrum berenergi tertentu (*discreet*) sesuai dengan perpidahan

elektron yang terjadi dalam atom yang bersangkutan (spektrum ini dikenal sebagai spektrum sinar-x karakteristik)<sup>[1,2]</sup>. Intesitas sinar-x karakteristik ini sangat tergantung dari jumlah peristiwa efek fotolistrik yang terjadi pada atom sejenis dalam sampel. Hal ini dipengaruhi oleh jumlah atom yang mengalami efek fotolistrik, intensitas sinar-x sumber penyebab efek fotolistrik, kebolehjadian terjadinya efek tersebut dapat menimbulkan sinar-x atom yang bersangkutan dan partikel atmosfer antara sampel dengan detektor<sup>[1,3,4]</sup>.

Pada pelaksanaan analisis sukar untuk memperoleh kesamaan ukuran sampel dengan standar dan kesamaan keadaan parameter pengukuran sampel yang sama dengan pengukuran standar, maka hasil analisis unsur kimia berdasarkan intensitas sinar-x karakteristik dari unsur kimia yang ditentukan akan terjadi penyimpangan bila kondisi pengukuran (luas sampel dan standar, kuat arus dan tegangan tabung sinar-x dan keadaan atmosfer pengukuran) antara sampel dengan standar tidak sama. Penyimpangan tersebut dapat dihilangkan dengan melakukan perhitungan dengan koreksi<sup>[3,5]</sup>. Koreksi ini dapat dilakukan menggunakan suatu acuan pengukuran yang berasal dari bahan yang diukur. Fe merupakan unsur utama yang ada dalam paduan besi, sehingga intensitas sinar-x karakteristik besi merupakan intensitas paling tinggi dibandingkan sinar-x dari unsur lainnya dalam spektrum sinar-x fluoresen paduan besi. Oleh sebab itu koreksi penyimpangan akibat faktor di atas dilakukan dengan perbandingan intensitas sinar-x unsur yang diukur dengan intensitas sinar-x unsur utama dalam paduan besi (unsur Fe) dari pengukuran sampel dan standar acuan.

## METODE

### Bahan yang Digunakan

Paduan besi (SS-1, SS-2, SS-3 dan SS-4) bersertifikat dari SUS 316 buatan Jepang sebagai sampel, permukaan sampel dibersihkan dengan aseton, polimer polimetakrilat dengan berbagai luas celah digunakan sebagai dudukan sampel. Spektrometer sinar-x fluoresen EDAX (DX-95) PHILIPS, sumber sinar-x berasal dari tabung molybdenum dan sinar-x yang dipancarkan oleh sampel diterima oleh detector silikon litium digunakan untuk menganalisis unsur Cr, Mn, dan Ni dalam sampel.

## Cara Kerja

### Penentuan pengaruh luas sampel pada hasil analisis

Permukaan sampel dibersihkan menggunakan aseton dan kemudian dikeringkan. Sampel ditempatkan pada ruang fluoresensi spektrometer diletakkan pada lempengan polimer yang telah diberi celah (luas celah: 0,275, 0,636, 1,54 dan 3,803 cm<sup>2</sup>). Ruang sampel divakumkan hingga tekanan mencapai 300 mtorr, kemudian sampel disinari dengan sinar-x dari tabung sinar-x molibdenum yang dibangkitkan menggunakan tegangan 12 kvolt dengan kuat arus 100  $\mu$ A. Intensitas sinar-x karakteristik Fe, Cr, Ni dan Mn hasil pencacahan sampel selama 300 detik digunakan untuk dasar penetapan pengaruh pada hasil analisis.

### Penentuan hubungan antara parameter listrik pembangkit sumber sinar-x terhadap intensitas sinar-x karakteristik Ni, Mn, Cr, dan Fe

Sampel yang mempunyai luas 3,803 cm<sup>2</sup> ditempatkan dalam ruang fluoresensi. Ruang tersebut divakumkan hingga 300 mtorr dan disinari dengan sinar-x dari tabung sinar-x. Sinar-x fluoresensi dari sampel dicacah selama 300 detik. dengan mengukur intensitas sinar-x karakteristik Fe, Cr, Ni, dan Mn.

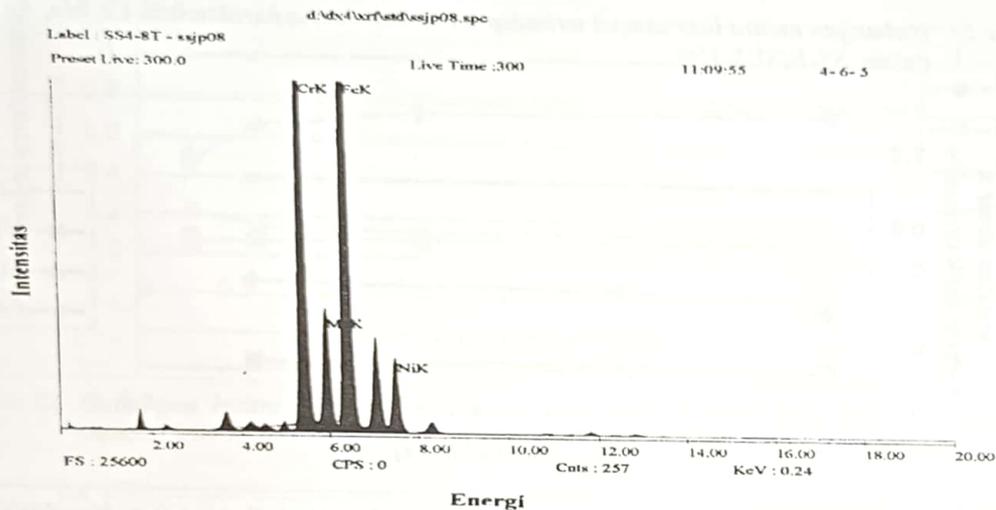
## PEMBAHASAN

Analisis unsur kimia dalam paduan besi (SS-316) menunjukkan adanya unsur Cr, Mn, Fe Ni dan unsur kimia lainnya. Kandungan kualitatif unsur kimia ini ditunjukkan dalam Gambar 1.

Kandungan unsur dalam suatu bahan sebenarnya mempunyai nilai tetap dan tidak dipengaruhi oleh luasan sampel, akan tetapi dalam pengukuran kandungan unsur menggunakan metode fluoresensi sinar-x, intensitas sinar-x karakteristik sangat tergantung pada jumlah peristiwa efek fotolistrik yang terjadi dalam sampel, yang berkaitan dengan jumlah kandungan unsur dalam luasan sampel. Oleh sebab itu intensitas sinar-x karakteristik unsur-unsur yang terdeteksi bergantung pada luasan sampel yang dianalisis. Pengaruh tersebut tampak pada penentuan unsur Cr, Mn dan Ni dalam paduan besi menggunakan metode penentuan berdasarkan intensitas sinar-x karakteristik Cr, Mn, dan Ni. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 2. Guna menghilangkan pengaruh luasan tersebut dapat menggunakan suatu pembanding dari intensitas karakteristik unsur yang berasal dari pengukuran

yang sama (nilai relatif intensitas sinar-x unsur yang diukur terhadap intensitas sinar-x besi), dalam hal ini dapat menggunakan unsur logam utama. Pada analisis unsur pematasi besi menggunakan intensitas sinar-x karakteristik besi dari transisi elektron ke kulit orbital K. Hubungan antara luas sampel dengan nilai perbandingan intensitas sinar-x karakteristik Cr, Mn dan Ni dengan intensitas sinar-x karakteristik Fe dari analisis berbagai sampel standar SS ditunjukkan dalam Gambar 3a, 3b dan 3c. Dalam gambar ini menunjukkan bahwa analisis unsur Cr, Mn dan Ni dari luas sampel di atas 1,5 cm<sup>2</sup> memberikan nilai perbandingan intensitas unsur tersebut terhadap Fe tetap. Sedangkan untuk luas sampel lebih kecil dari 1,5 cm<sup>2</sup> terjadi

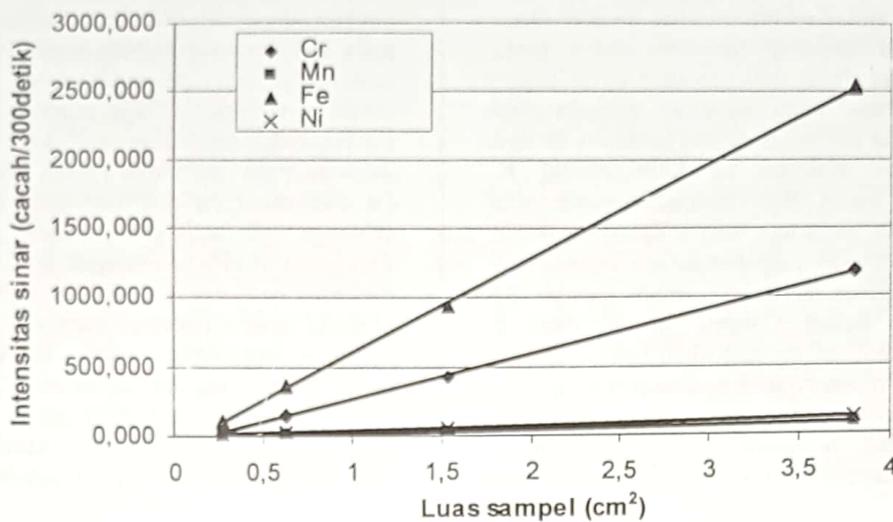
penyimpangan nilai tersebut, hal ini disebabkan pada analisis sampel yang mempunyai luas di bawah 1,5 cm<sup>2</sup> pengaruh atom utama (Fe) semakin tampak. Pada peristiwa ini terjadi penyerapan sebagian sinar-x karakteristik dari unsur mempunyai nomor massa lebih kecil dari Fe oleh atom Fe disekitar atom Cr dan Mn, sehingga perbandingan sinar-x karakteristik Cr/Fe dan Mn/Fe mempunyai nilai lebih rendah dari nilai hasil analisis dengan luas sampel di atas 15 cm<sup>2</sup>. Sedang sinar-x fluoresen Fe sebagian digunakan untuk mengeksitasi Ni dalam sampel (terjadi peristiwa efek fotolistrik dari sinar-x sekunder pada atom Ni), hal ini menyebabkan terjadinya kenaikan nilai perbandingan sinar-x karakteristik Ni/Fe.



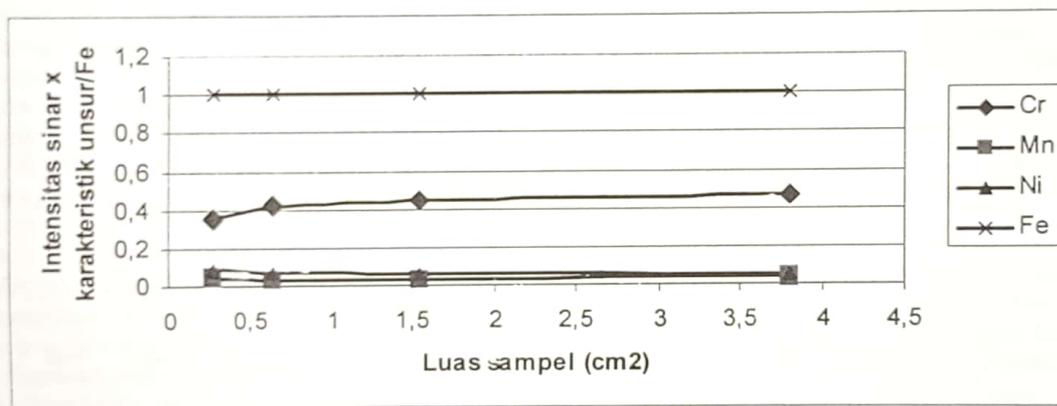
Gambar 1. Spektrum fluoresensi sinar-x dari bahan SS (SUS 316)

Terjadinya sinar-x fluoresensi dari sampel bergantung dari nilai kebolehjadian atom dalam sampel mengalami efek fotolistrik, sehingga dalam sampel kecil jumlah atom yang mengalami peristiwa tersebut semakin sedikit. Pada analisis sampel yang mempunyai luas sampel sekitar 0,636 cm<sup>2</sup> jumlah atom Mn yang mengalami efek fotolistrik sekitar 17 % dari jumlah atom Mn yang mengalami efek fotolistrik dari luas sampel 3,8 cm<sup>2</sup> diukur. Sehubungan dengan hal ini bila diasumsikan

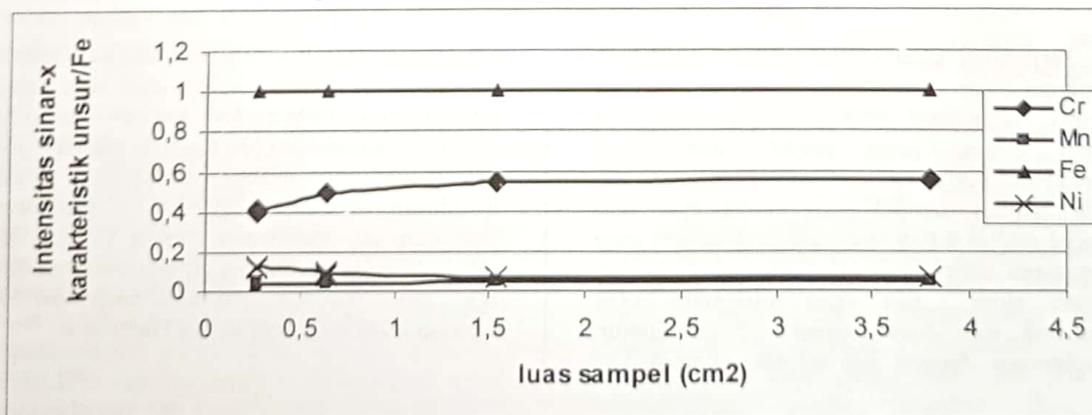
kandungan Mn adalah 1% (kandungan Mn dalam SS1-SUS316) akan dianalisis dari luas sampel 3,8 cm<sup>2</sup>, maka pada analisis sampel dengan luas 0,636 cm<sup>2</sup> kandungan Mn tersebut sekitar 0,17 % dari sampel yang diukur. Kandungan tersebut mendekati batas deteksi pengukuran menggunakan fluoresensi sinar-x (1%). Oleh sebab itu pada pengukuran sampel dibawah 0,636 mempunyai relatif deviasi lebih besar dari 10%. Keadaan ini ditunjukkan dalam Gambar 4.



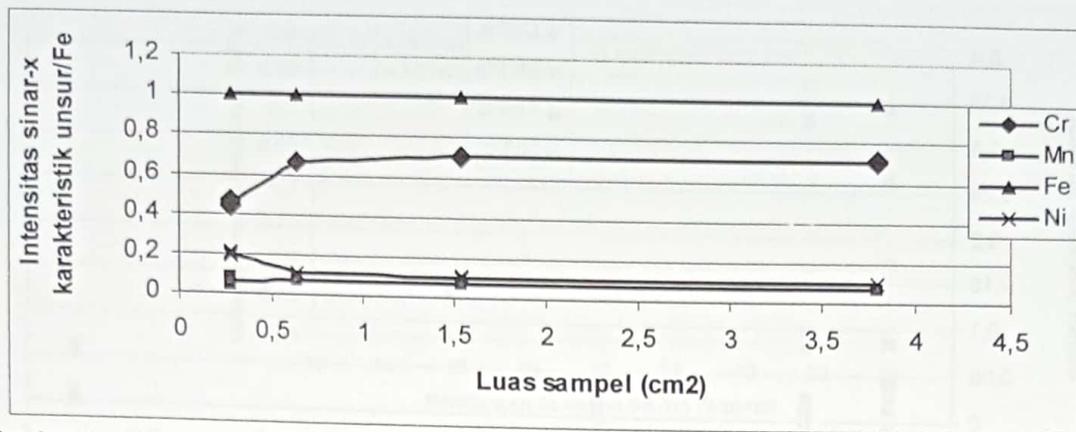
Gambar 2. Hubungan antara luas sampel terhadap intensitas sinar-x karakteristik Cr, Mn, Fe dan Ni dalam SS-1 (SUS-316)



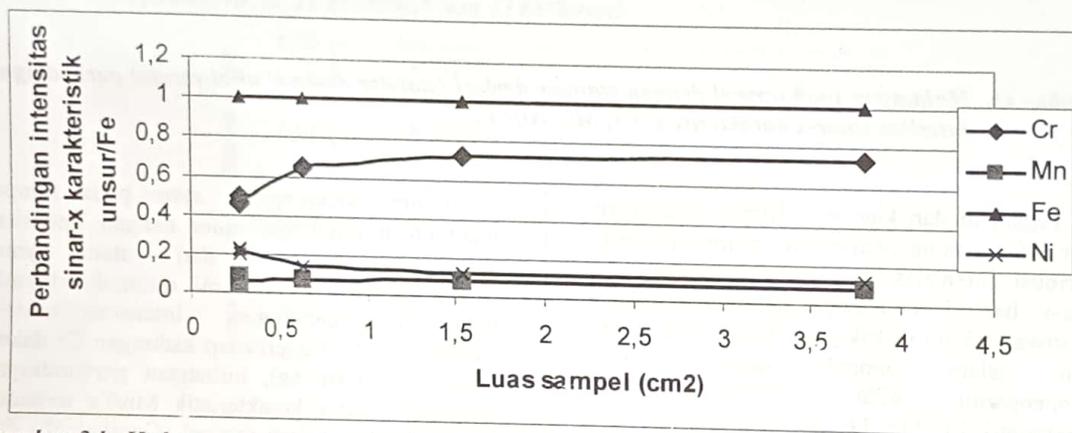
Gambar 3a. Hubungan antara perbandingan intensitas sinar-x karakteristik unsur (Cr, Mn, Ni)/Fe dari standar SS-1 dengan luas sampel SUS-316



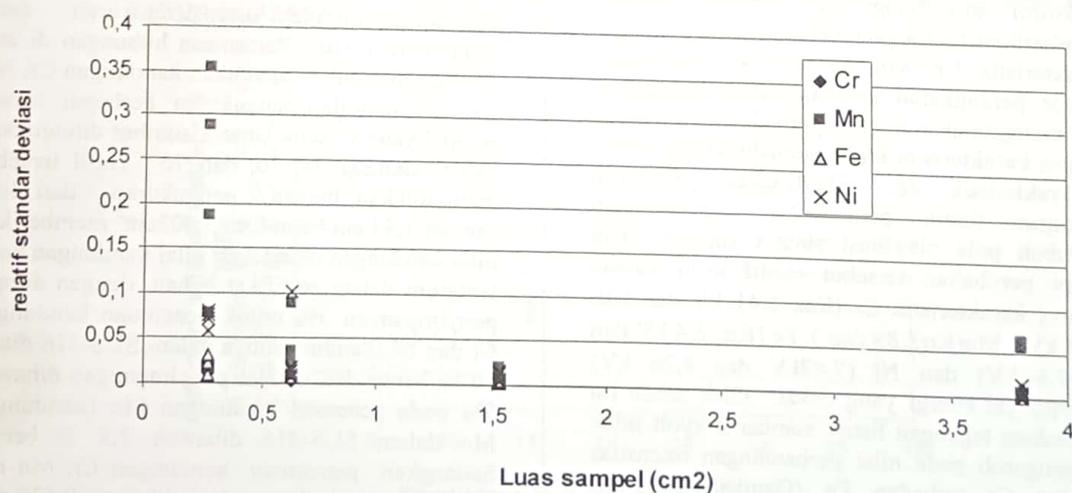
Gambar 3b. Hubungan antara perbandingan intensitas sinar-x karakteristik unsur (Cr, Mn, Ni)/Fe dari standar SS-2 dengan luas sampel SUS-316



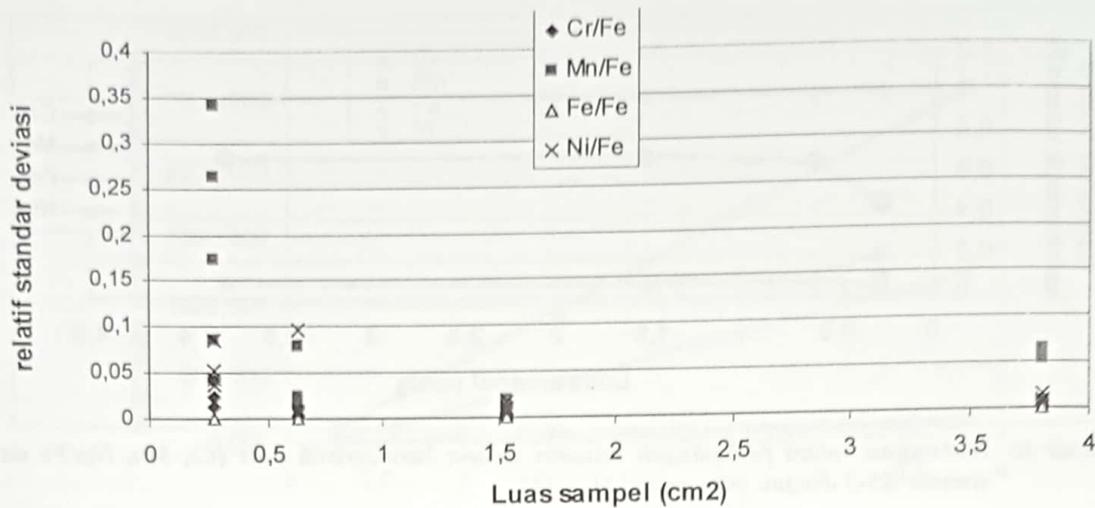
Gambar 3c. Hubungan antara perbandingan intensitas sinar-x karakteristik unsur (Cr, Mn, Ni)/Fe dari standar SS-3 dengan luas sampel SUS-316



Gambar 3d. Hubungan antara perbandingan intensitas sinar-x karakteristik unsur (Cr, Mn, Ni)/Fe dari standar SS-4 dengan luas sampel SUS-316



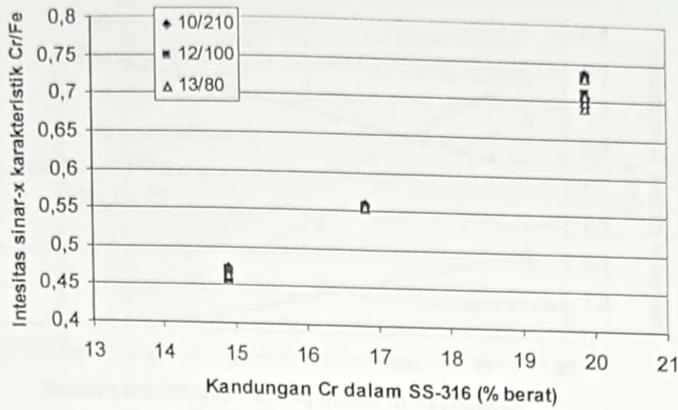
Gambar 4a. Hubungan luas sampel dengan standar deviasi (standar deviasi/ nilai rerata) intensitas sinar-x karakteristik unsur (Cr, M. Fe dan Ni)



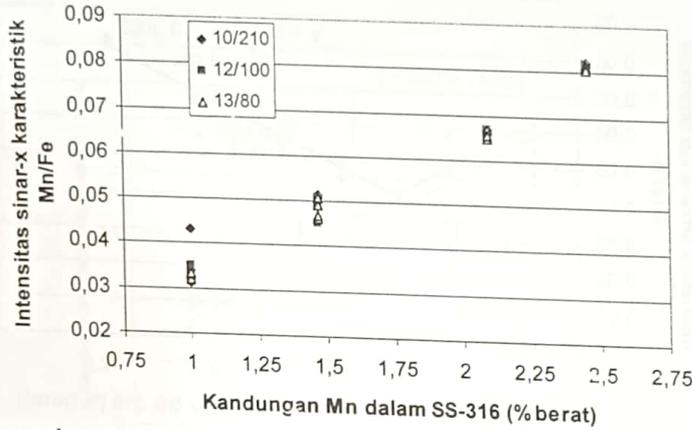
Gambar 4b. Hubungan luas sampel dengan standar deviasi (standar deviasi/ nilai rerata) perbandingan intensitas sinar-x karakteristik (Cr, Mn, Ni)/ Fe

Tegangan dan kuat arus listrik pembangkit sinar-x dari tabung sinar-x akan membentuk pola distribusi intensitas dari spektrum sinambung sinar-x, hal ini akan berpengaruh pada jumlah peristiwa efek fotolistrik yang terjadi pada atom-atom dalam sampel, yang akhirnya mempengaruhi nilai intensitas sinar-x karakteristik Cr, Mn, Fe dan Ni. Kenaikan kuat arus listrik pembangkit sinar-x akan menaikkan intensitas sinar-x dan tidak merubah pola spektrum sinambung dari sumber, sehingga memberikan faktor peningkatan intensitas sinar-x karakteristik Cr, Mn, Fe dan Ni yang sama. Faktor peningkatan tersebut dapat dihilangkan bila menggunakan metode perbandingan intensitas sinar-x karakteristik unsur pemadu dengan sinar-x karakteristik Fe. Sedangkan perbedaan tegangan listrik pembangkit sinar-x akan merubah pola distribusi sinar-x sumber, akan tetapi perubahan tersebut relatif kecil karena sinar-x karakteristik Cr ( $K\alpha$ : 5,41 kV dan  $K\beta$ : 5,95 kV), Mn ( $K\alpha$ : 5,89 dan ), Fe ( $K\alpha$ : 6,4 kV dan  $K\beta$ : 7,6 kV) dan Ni (7,47kV dan 8,26 kV) mempunyai energi yang dekat. Oleh sebab itu perbedaan tegangan listrik sumber 3 kvolt tidak berpengaruh pada nilai perbandingan intensitas sinar-x Cr terhadap Fe (Gambar 5a), Mn terhadap Fe (Gambar 5b) dan Ni terhadap Fe (Gambar 5c).

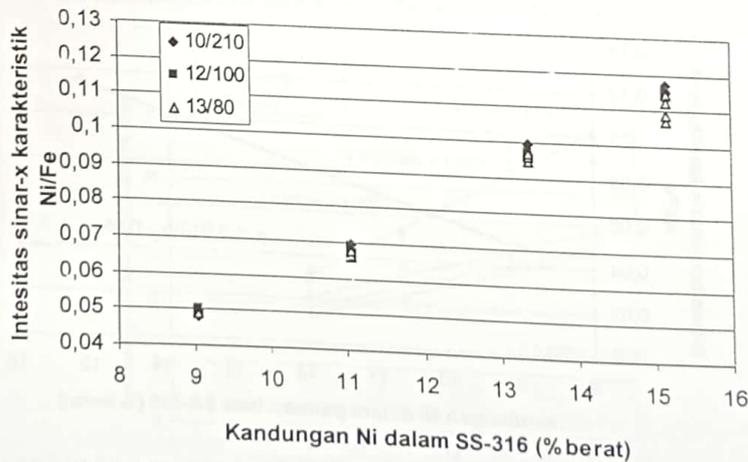
Jumlah kandungan atom pada sampel mempunyai hubungan linier dengan intensitas sinar-x karakteristik dari atom yang bersangkutan [1,5]. Hal ini ditunjukkan pada hubungan perbandingan intensitas sinar-x karakteristik Cr/Fe terhadap kandungan Cr dalam sampel (Gambar 6a), hubungan perbandingan intensitas sinar-x karakteristik Mn/Fe terhadap kandungan Mn dalam sampel (Gambar 6b) dan hubungan perbandingan intensitas sinar-x Ni/Fe terhadap kandungan Ni dalam sampel (Gambar 6c) yang diperoleh dari pengukuran deret standar SUS-316. Persamaan hubungan di atas digunakan untuk menentukan kandungan Cr, Mn dan Ni dalam dari pengukuran berbagai luasan sampel yang terkena sinar-x sumber ditunjukkan dalam Gambar 7a, 7b, dan 7c. Hasil tersebut menunjukkan bahwa pengukuran dari luas sampel 1,54 cm<sup>2</sup> dan luas 3,803cm<sup>2</sup> memberikan nilai kandungan mendekati nilai kandungan yang tercatat dalam sertifikat bahan, dengan derajat penyimpangan 3% untuk penentuan kandungan Cr dan Ni (kandungannya dalam SUS-316 diatas 10 % berat) dan derajat penyimpangan dibawah 5% pada penentuan kandungan Mn (kandungan Mn dalam SUS-316 dibawah 2,5 % berat). Sedangkan penentuan kandungan Cr, Mn dan Ni dari sampel dengan luas dibawah 0,636 cm<sup>2</sup> mempunyai derajat penyimpangan diatas 5%.



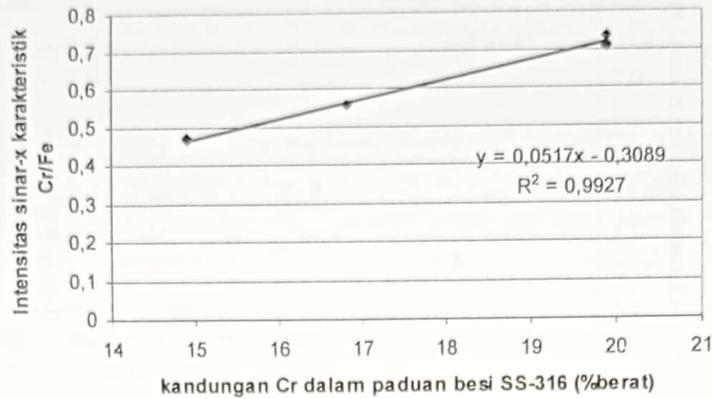
Gambar 5a. Hubungan antara intensitas sinar-x karakteristik Cr/Fe terhadap kandungan Cr dalam deret standar SS-316 yang dianalisis menggunakan tegangan dan kuat arus tabung sinar-x (10 kV/210 $\mu$ A, 12 kV/100 $\mu$ A dan 13 kV/80 $\mu$ A)



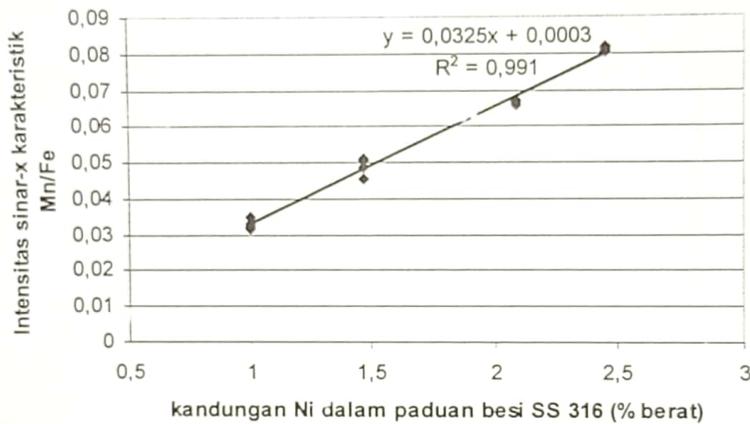
Gambar 5b. Hubungan intensitas sinar-x karakteristik Mn/Fe terhadap kandungan Mn dalam deret standar SS-316 yang dianalisis menggunakan tegangan dan kuat arus tabung sinar-x (10 kV/210 $\mu$ A, 12 kV/100 $\mu$ A dan 13 kV/80 $\mu$ A)



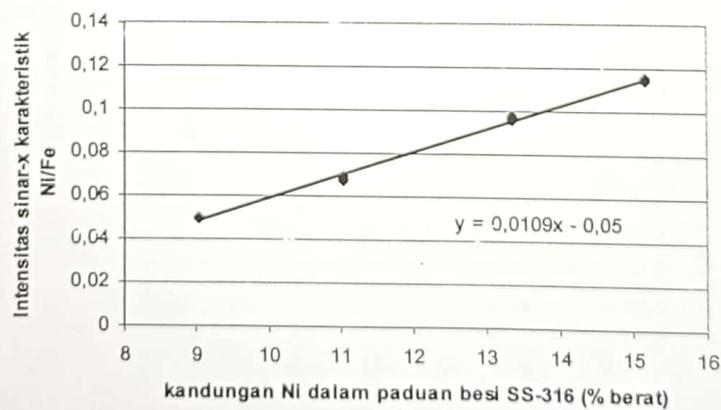
Gambar 5c. Hubungan intensitas sinar-x karakteristik Ni/Fe terhadap kandungan Ni dalam deret standar SS-316 yang dianalisis menggunakan tegangan dan kuat arus tabung sinar-x (10 kV/210 $\mu$ A, 12 kV/100 $\mu$ A dan 13 kV/80 $\mu$ A)



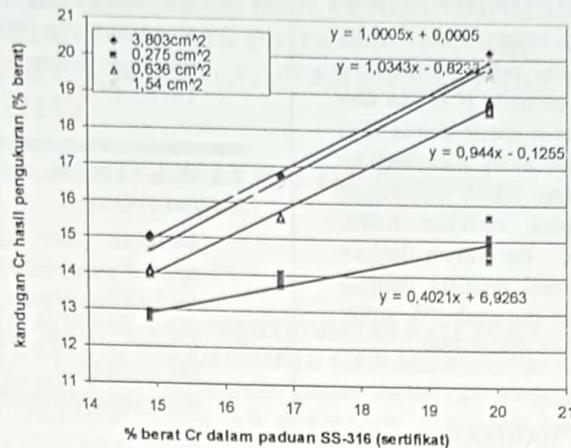
Gambar 6a. Hubungan antara kandungan Cr dalam SUS-316 terhadap perbandingan intensitas sinar-x karakteristik Cr/Fe



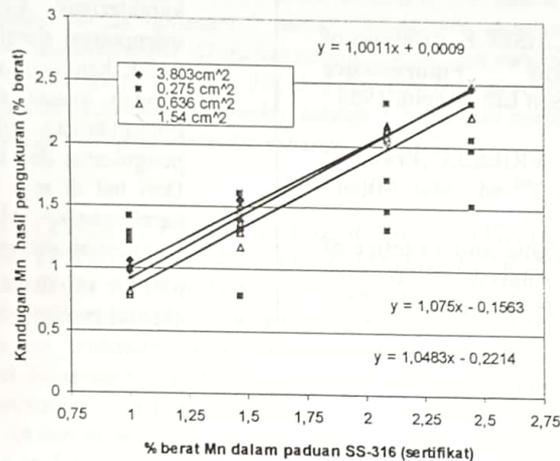
Gambar 6b Hubungan antara kandungan Mn dalam SUS-316 terhadap perbandingan intensitas sinar-x karakteristik Mn/Fe



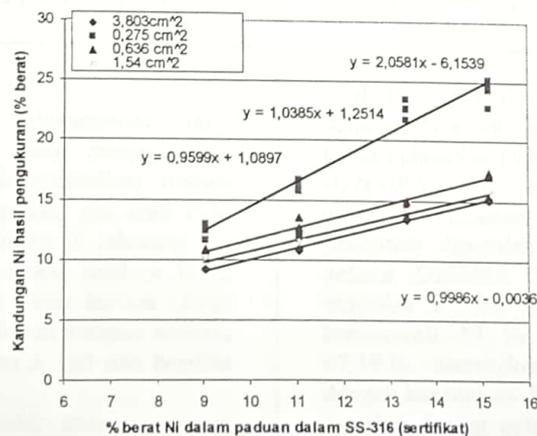
Gambar 6c. Hubungan antara kandungan Ni dalam SUS-316 terhadap perbandingan intensitas sinar-x karakteristik Ni/Fe



Gambar 7a. Perbandingan antara kandungan Cr hasil pengukuran dengan metode intensitas relatif terhadap nilai kandungannya dalam sertifikat dalam SUS-316



Gambar 7b. Perbandingan antara kandungan Mn hasil pengukuran dengan metode intensitas relatif terhadap nilai kandungannya dalam sertifikat dalam SUS-316



Gambar 7c. Perbandingan antara kandungan Ni hasil pengukuran dengan metode intensitas relatif terhadap nilai kandungannya dalam sertifikat dalam SUS-316

**KESIMPULAN**

Dari keadaan di atas dapat disimpulkan bahwa penggunaan metode relatif intensitas sinar-x karakteristik unsur pemadu (Cr, Mn dan Ni) terhadap intensitas sinar-x unsur utama (Fe) dalam bahan paduan besi akan memberikan hasil yang tangguh terhadap faktor perbedaan luasan sampel dan ketidak stabilan listrik pembangkit sumber sinar-x. Penentuan dengan metode ini memberikan hasil analisis dengan akurasi 96% (penyimpangan dibawah 4% untuk kandungan unsur dalam bahan diatas 1%).

**DAFTAR PUSTAKA**

1. MITCHELL, I.V., BARFOOT, K.M., **Particles Induces X-ray Emission Analysis Applications**, Nuclear Science Applications an Interational Journal, 1981. 101-129
2. TERTIAN, R. and CLAISSE,F, **Priciples of Quantitative X-ray Fluorescence Analysis**, Heyden & Son Ltd., Rhein, 1982 , 51-113
3. JEKINS,R. and DE VRIES,J.L.,**Practical X-ray Spectrometry**, 2<sup>nd</sup> ed., Mac Millan, London 1969, 57-98
4. BERTIN, E.P., **Principles and Practice of X-ray Spectrometric Analysis**, 2<sup>nd</sup> ed., Mac Millan, New York, 1975, 83-147
5. JEKINS,R. and DE VRIES,J.L., **Worked Examples in X-ray Analysis**, 2<sup>nd</sup> ed., Springer-Verlag New York Inc., New York 1978,...57-78.

**TANYA JAWAB**

**J. Djati Pramana**

- *Ditinjau dari syarat validasi metoda, apakah pengembangan metode analisis XRF ini baik/memenuhi syarat?*
- *Usulan dapat dibuat metode baku dan perbandingan dengan metode XRF menggunakan sumber eksitasi?*

**Yusuf Nampira**

- Linieritas kurva standar dari metode pembandingnya intensitas sinar X karakteristik Cr/Fe, Mn/Fe dan Ni/Fe mempunyai derajat kelinieran mendekati 1, untuk kandungan unsur tersebut 1% berat dengan luasan sampel di atas 0,63 cm<sup>2</sup>. Perbandingan nilai terukur dengan hasil pengukuran dan dengan mendekati harga 1. Dari hal di atas metode intensitas sinar X karakteristik relatif tersebut memenuhi persyaratan sebagai metode yang valid.
- Metode ini dapat diterapkan untuk sumber eksitasi menggunakan bahan radioaktif.