

PENGARUH PENGENCERAN PADA FLORESENSI Ce, La DAN Nd PADA PENCACAHAN XRF MEMAKAI SUMBER EKSITASI Am-241

Sri Sukmajaya, Isyuniarto, Muhadi AW

P3TM-BATAN, Jl. Babarsari Kotak Pos 1008 Yogyakarta 55010

ABSTRAK

PENGARUH PENGENCERAN PADA FLORESENSI Ce, La DAN Nd PADA PENCACAHAN XRF MEMAKAI SUMBER EKSITASI Am-241. Telah dilakukan pencacahan standar tunggal Ce, La dan Nd dan standar padat campuran La, Ce dan Nd yang dicampur menjadi satu, menggunakan XRF dan sumber eksitasi Am-241 pada tenaga Ce 3472/3428 keV, La 3303/3304 keV, Nd 3684/3736 keV. Oksida Ce, La atau Nd dengan konsentrasi (%) tertentu diencerkan dengan alumina 200 mesh, ditambahkan pati kanji 1 gr, ditepatkan sampai 6 gr, digojok selama 30 menit, lalu ditimbang 5 gr. Padatan ini kemudian ditekan dengan alat pencetak pelet dengan tekanan 12 ton selama 5 menit. Pelet dicacah dengan XRF selama 5 menit dan dilakukan pengulangan 3 kali. Kurva Ce campuran yang diperoleh dapat dieliminasi dengan intensitas yang dikoreksi, dengan faktor proporsional (Fp) antara 0,48 – 0,82. Perbandingan antara standar Ce campuran dengan standar Ce tunggal diperoleh ralat $\pm 3,58\%$. Fp untuk La antara 0,42 – 0,64 dengan ralat 2,37%, sedangkan Fp untuk Nd antara 0,48 – 0,82 dengan ralat 2,69%.

ABSTRACT

THE INFLUENCE OF DILUTION ON FLUORESCENCE THE OF CE, LA AND ND BY X-RAY WITH AM-241 AS EXCITATION SOURCE. The influence of dilution on the fluorescence of Ce, La and Nd by x-ray with Am-241 as excitation source was done. X-ray fluorescence has counted both single standard and mixed standard of Ce, La and Nd. Energy of Ce in 3472/3428 keV, La 3303/3304 KeV, Nd 3684/3736 keV. Given concentration of Ce, La and Nd oxides were dissolved in 200 mesh allumina, added by 1 gram starch, dilution allumina until 6 grams total volum. Then homogeneous powder have shaken in 6 minutes, then excitation by XRF in 5 minutes until three times. Product of Ce curve mixed had been eliminated with fluorescence correction, by proportional factor (Fp) 0.48 – 0.82, and correction factor $\pm 3.58\%$. Fp for La 0.42 – 0.64, with correction factor $\pm 2.36\%$, and Fp for Nd 0.48 – 0.82 with corection factor 2.69%.

PENDAHULUAN

Telah dilakukan analisis campuran unsur-unsur logam tanah jarang (Ce, La, Nd) yang dibandingkan dengan unsur tunggalnya. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk memahami sifat floresensi unsur dalam keadaan tunggal maupun campuran, dan mampu memperkecil kesalahan perhitungan analisis akibat salah persepsi dalam pembacaan intensitas. Metode konvensional yang digunakan selama ini dalam perhitungan analisis cuplikan padat menggunakan X-Ray dipakai metode regresi linier. Pada metode regresi linier ini setiap unsur yang muncul pada MCA (multi chanel analyser) dihitung secara individu, yang dibandingkan dengan unsur standarnya. Dalam hal ini tidak diperhatikan faktor saling mengabsorpsi

fluoresensi masing-masing unsur dalam sebuah cuplikan padat, pengaruh matrik bahan dan pengenceran bahan. Disamping itu metode ini juga untuk menghindari kesalahan perhitungan neraca massa setelah akhir analisis, yang bila digunakan metode regresi linier dapat mencapai kesalahan 100%. Pencocokan kembali hasil perhitungan analisis dengan konsentrasi preparasi awal, tidak pernah dilakukan dengan metode regresi linier.

Unsur-unsur campuran maupun tunggal (Ce, La, Nd) diencerkan dengan alumina dengan perbandingan 1:2 pada pembuatan standar padat⁽¹⁾. Misalnya N_A sebagai intensitas unsur A pada standar tunggal (misalnya unsur Ce sebagai standar tunggal), maka ada N_B (unsur La) dan N_C (unsur Nd). Simbol x dan $2x$ sebagai perbandingan konsentrasi, dan intensitas yang saling berhubungan

adalah N_{Ax} dan N_{A2x} . Sedangkan C_A adalah konsentrasi A dengan N_{A2x} sebagai intensitas yang telah dikoreksi. Satuan-satuan tersebut dapat ditunjukkan dengan persamaan sebagai berikut⁽¹⁾.

$$N_{A2x} = \frac{N_{A2x}}{(N_{A2x}/N_{Ax}) - 1} \quad (1)$$

Intensitas yang dikoreksi (N_{A2x}) dihitung dari perbandingan intensitas yang diukur (N_{A2x}/N_{Ax}), sedang intensitas proporsional pada konsentrasi $2x C_A$:

$$N_{A2x} = (\text{konstanta}) \cdot 2x C_A \quad (2)$$

Konsentrasi yang dicari (C_A) pada standar tunggal adalah:

$$C_A = (N_{A2x}) / (\text{konstanta}) \cdot 2x C_A \quad (3)$$

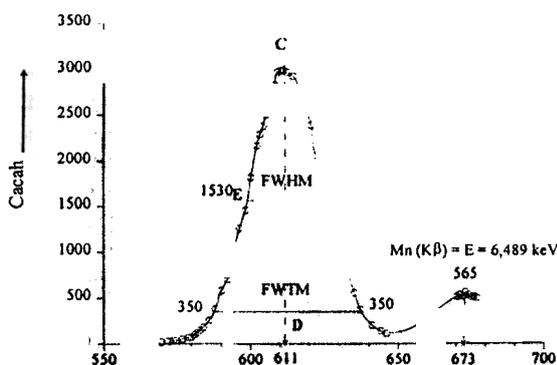
Faktor proporsional ditentukan dengan bantuan standar, dengan batasan $2x$ diketahui dari preparasi bahan.

Dua macam konsentrasi A yang diketahui (A tunggal dan A yang dicampur dengan unsur lain) didekomposisi dengan pelarut alumina, maka faktor proporsional, yang merupakan nilai konstan didalam pelarut, dapat ditentukan nilainya. Di samping ratio 1:2, dapat digunakan ratio lain untuk konsentrasi x, misalnya⁽²⁾:

$$N_{A3x} = \frac{2N_{A2x}}{(N_{A2x}/N_{Ax}) - 1} = (\text{konstanta}) \cdot 3x C_A \quad (4)$$

$$N_{A4x} = \frac{3N_{A2x}}{(N_{A2x}/N_{Ax}) - 1} = (\text{konstanta}) \cdot 4x C_A \quad (5)$$

Daya pisah detektor



Gambar 1. Pengukuran daya pisah detektor Si(Li) dengan Fe-55.

Daya pisah detektor adalah ukuran kemampuan detektor untuk membedakan dua puncak tenaga sinar X yang berdekatan satu dengan yang lain.⁽³⁾ Ukuran daya pisah detektor dinyatakan

dengan satuan besaran yang disebut lebar penuh setengah tinggi maksimum atau FWHM (Full Width Half Maximum). Pada gambar dibawah dapat dilihat yang dimaksud tinggi maksimum adalah CD. Jika ditarik garis horisontal EF yang melalui pertengahan CD, maka EF adalah FWHM. Untuk detektor semi konduktor Si(Li), daya pisah biasanya diukur pada puncak 5,894 dan 6,489 keV dari sumber Fe-55.

Dua hal yang harus ditentukan sebelum daya pisah detektor dapat dihitung, yaitu: Harga nisbah keV/salur dan Harga FWHM dalam satuan salur. Harga nisbah keV/salur ditentukan dengan cara melakukan pencacahan sumber Fe-55 sampai cacah 10.000 pada tenaga 5,894 keV, kemudian dicatat nomor salur puncak 5,894 keV dan 6,489 keV, yaitu puncak dari Mn ($K\alpha$) dan Mn ($K\beta$). harga nisbah keV/salur adalah selisih kedua puncak tersebut 0,595 keV dibagi dengan selisih nomor salurnya.

$$\text{Harga nisbah keV/salur} = \frac{0,595}{\text{Mn}(K\beta) - \text{Mn}(K\alpha)} \quad (6)$$

Harga FWHM dicari dengan menghitung jumlah salur yang ada di atas garis EF pada gambar 1. Setelah dua harga ditemukan, maka dapat dihitung daya pisah detektor dengan persamaan 7.

$$\text{FWHM}_x = \frac{0,595}{\text{No. salur } 6,489 \text{ keV} - \text{No. salur } 5,894 \text{ keV}} \quad (7)$$

Untuk detektor Si(Li), daya pisah pada 5,894 keV biasanya ± 189 keV dengan tingkat kesalahan 2%.

Bentuk simetri puncak

Spektra yang dihasilkan pada layar MCA didasarkan pada asumsi bahwa puncak-puncak dalam spektra sinar X mempunyai bentuk agihan normal.⁽⁴⁾ Dengan demikian simetri puncak yang dihasilkan merupakan parameter karakteristik detektor. Untuk maksud tersebut diatas, perlu ditentukan dulu harga lebar penuh sepersepuluh tinggi maksimum atau FWTM (Full Width Tenth Maximum), caranya seperti pada penetapan FWHM. Dari FWHM dan FWTM diperoleh harga simetri puncak adalah harga nisbah FWTM/FWHM.

$$\text{Simetri puncak} = \frac{\text{FWTM}(\text{salur})}{\text{FWHM}(\text{salur})} \quad (8)$$

TATA KERJA

Bahan

Bahan kimia yang digunakan adalah CeO_2 dan La_2O_3 buatan Merck, Nd_2O_3 buatan Aldrich,

alumina (200 mesh) buatan Merck dan pati kanji (200 mesh).

Alat yang digunakan

Neraca analitik sartorius., penggojok getar, alat cetak pellet, dengan daya tekan maksimal 16 ton, alat XRF buatan EGG ORTEC.

Cara Kerja

a. Membuat pelet standar Ce tunggal

Menimbang 500 mg CeO_2 , kemudian ditambahkan 1 gram pati kanji, lalu diencerkan dengan alumina sampai 6 gram. Digojok selama 30 menit, kemudian diambil 5 gram. Padatan ini kemudian dicetak menjadi pellet dengan tekanan 12 ton selama 5 menit. Pellet yang diperoleh dianalisis dengan alat XRF, dengan sumber eksitasi Am-241.

b. Membuat pelet standar Ce campuran

Menimbang 144 mg CeO_2 ($Ce = 2,4\%$), kemudian ditambahkan 72 mg La_2O_3 , 72 mg Nd_2O_3 , 18 mg Pr_6O_{11} , 14,4 mg Sm_2O_3 , dan 173 mg pengotor, campuran ini ditambahkan 1 gr pati kanji, lalu ditepatkan menjadi 6 gr dengan alumina. Campuran yang terjadi digojok selama 30 menit, ditimbang 5 gr lalu dicetak menjadi pellet dengan ditekan pada tekanan 12 ton selama 5 menit. Pellet yang diperoleh dianalisis dengan alat XRF, dengan sumber eksitasi Am-241.

Dengan cara yang sama dibuat pellet standar La dan Nd tunggal

Dengan cara yang sama dibuat pellet standar La dan Nd campuran

HASIL DAN PEMBAHASAN

Diperoleh data pencacahan standar padat Ce tunggal dengan konsentrasi C_A pada ratio 1 (dibagi 100) dan intensitas dibagi 10^4 , seperti pada tabel 1 berikut ini.⁽²⁾

Tabel 1. Standar padat Ce tunggal dengan sumber eksitasi Am-241.

| C_A | Intensitas | NA_{2x} / NA_x | NA_{2xk} | Konstanta Ce |
|----------|------------|------------------|------------|--------------|
| 0,003392 | 1,4561 | - | - | - |
| 0,006784 | 2,4821 | 0,704622 | 3,5226 | - |
| 0,016960 | 5,9986 | 0,779909 | 7,6914 | - |
| 0,033920 | 10,1090 | 0,685226 | 14,7528 | 2,9506 |
| 0,050881 | 14,4091 | 0,635392 | 22,6775 | 3,0236 |
| 0,061057 | 16,1116 | 0,590784 | 27,1716 | 3,0301 |
| 0,067841 | 17,6175 | 0,584154 | 30,1590 | 3,0158 |
| Rerata | | | | 3,0050 |

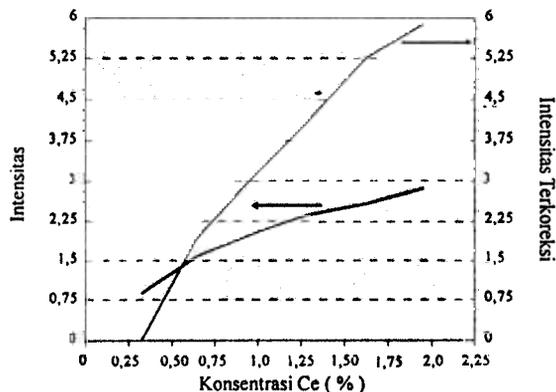
Penelitian yang dilakukan oleh Tertian⁽¹⁾ dilakukan pada XRF yang menggunakan tabung sebagai material anode, dengan dua fraksi konsentrasi pada ratio 1 : 2. Sedangkan penelitian

yang dilakukan oleh Heidel⁽²⁾ mendekomposisi Y_2O_3 dengan boraks. Untuk konstanta Y_2O_3 sebagai bahan murni mempunyai nilai tetap, kecuali dua desimal dibelakang koma. Sedang konsentrasi Y_2O_3 yang bercampur dengan MoO_3 mempunyai ralat $\pm 0,25\%$.

Tabel 2. Standar padat Ce campuran dengan sumber eksitasi Am-241.

| C_A | Intensitas | NA_{2x} / NA_x | NA_{2xk} | Konsentrasi Ce |
|----------|------------|------------------|------------|----------------|
| 0,003256 | 0,8699 | - | - | - |
| 0,006513 | 1,5844 | 0,821359 | 1,9290 | 0,6419 |
| 0,009769 | 2,0093 | 0,654802 | 3,0686 | 1,0212 |
| 0,013025 | 2,3740 | 0,576291 | 4,1194 | 1,3708 |
| 0,016282 | 2,5776 | 0,490699 | 5,2529 | 1,7480 |
| 0,019538 | 2,8250 | 0,48 | 5,8854 | 1,9585 |

Pada tabel-tabel standar campuran, kolom konsentrasi merupakan pencocokan kembali terhadap konsentrasi preparasi, yang telah dikaitkan (atau dibagi) dengan konstanta tunggalnya. Sehingga konsentrasi hasil perhitungan sudah diperhitungkan dengan kondisi kemurniannya. Konsentrasi ini juga dipakai untuk menghitung ralat.



Gambar 2. Hubungan antara konsentrasi Ce dengan intensitas.

Kenaikan intensitas yang sebanding dengan konsentrasi lebih signifikan pada unsur Ce. Slope antara garis intens dengan garis intens terkoreksi lebih besar pada standar tunggal dibandingkan pada standar campuran karena tidak adanya serapan maupun interferensi pengotor lain.

Tabel 3. Standar padat La tunggal dengan sumber eksitasi Am-241.

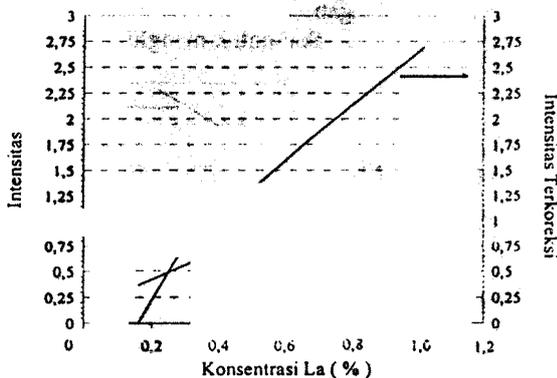
| C_B | Intensitas | NB_{2x} / NB_x | NB_{2xk} | Konstanta La |
|----------|------------|------------------|------------|--------------|
| 0,003553 | 1,3497 | - | - | - |
| 0,007106 | 2,6187 | 0,940209 | 2,7852 | - |
| 0,017764 | 6,5387 | 0,961207 | 6,8026 | 2,7212 |
| 0,035528 | 11,7706 | 0,873768 | 13,4711 | 2,6944 |
| 0,053292 | 15,2486 | 0,742043 | 20,5495 | - |
| 0,063951 | 16,7352 | 0,673867 | 24,8346 | - |
| 0,071057 | 18,2406 | 0,688313 | 26,5004 | 2,6501 |
| Rerata | | | | 2,6886 |

Pengencer alumina tidak memberikan serapan, sedang perekat pati kanji meskipun mempunyai serapan tetapi masih lebih kecil dibandingkan dengan lilin (wax) atau gula pasir.⁽⁶⁾

Tabel 4. Standar padat La campuran dengan sumber eksitasi Am-241.

| C _B | Intensitas | N _{B2x} / N _{Bx} | N _{B2xk} | Konsentrasi La |
|----------------|------------|------------------------------------|-------------------|----------------|
| 0,001705 | 0,3651 | - | - | - |
| 0,003411 | 0,5981 | 0,638181 | 0,9372 | 0,3486 |
| 0,005116 | 0,8191 | 0,621565 | 1,3178 | 0,4901 |
| 0,006821 | 0,8940 | 0,494878 | 1,8065 | 0,6719 |
| 0,008527 | 1,0374 | 0,460218 | 2,2541 | 0,8384 |
| 0,010232 | 1,1322 | 0,420115 | 2,6950 | 1,0024 |

Nilai faktor proporsional merupakan ratio antara intensitas dengan kelipatannya yang proporsional dengan konsentrasi.⁽²⁾ Nilai F_p pada La dan Nd campuran lebih kecil dibandingkan dengan F_p pada konsentrasi tunggal, sementara pada C_e nilainya hampir sama.



Gambar 3. Hubungan antara konsentrasi La dengan intensitas.

Tabel 5. Standar padat Nd tunggal dengan sumber eksitasi Am-241.

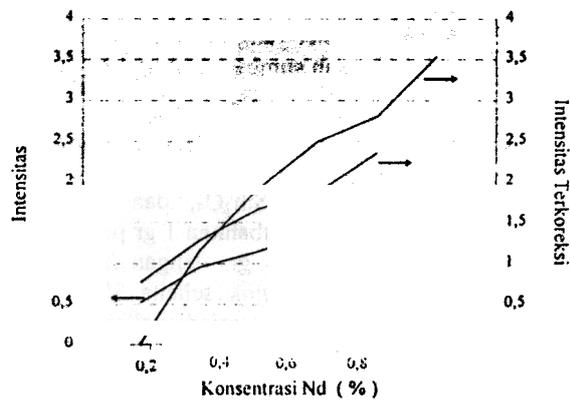
| C _C | Intensitas | N _{C2x} / N _{Cx} | N _{C2xk} | Konstanta Nd |
|----------------|------------|------------------------------------|-------------------|--------------|
| 0,003572 | 1,1263 | - | - | - |
| 0,007145 | 2,3661 | 1,100772 | 2,1495 | 2,1495 |
| 0,017861 | 5,2667 | 0,910085 | 5,7870 | 2,3150 |
| 0,035723 | 9,5067 | 0,805058 | 11,8087 | 2,3619 |
| 0,053584 | 11,8638 | 0,680905 | 17,4236 | 2,3233 |
| 0,064301 | 13,9796 | 0,671237 | 20,8266 | 2,3142 |
| 0,071446 | 15,6771 | 0,649058 | 24,1536 | 2,4155 |
| Rerata | | | | 2,3132 |

Intensitas yang dikoreksi pada standar tunggal dan campuran lebih dekat dengan kelipatan konsentrasinya (La), sedang pada Nd kelipatan intensitas lebih besar dibanding konsentrasi.

Tabel 6. Standar padat Nd campuran dengan sumber eksitasi Am-241.

| C _C , 10 ⁻³ | Intensitas | N _{C2x} /N _{Cx} | N _{C2xk} | N _{C2xk} /1,5 | Konsentrasi Nd |
|-----------------------------------|------------|-----------------------------------|-------------------|------------------------|----------------|
| 1,715 | 0,5229 | - | - | - | - |
| 3,429 | 0,9545 | 0,825397 | 1,1564 | 0,7709 | - |
| 5,144 | 1,1470 | 0,596942 | 1,9215 | 1,2810 | - |
| 6,859 | 1,4054 | 0,562677 | 2,4977 | 1,6651 | - |
| 8,573 | 1,4191 | 0,505023 | 2,810 | 1,8733 | - |
| 10,288 | 1,6966 | 0,479163 | 3,5408 | 2,3605 | - |

Intensitas yang dikoreksi (N_{C2xk}) pada Nd sengaja dibagi 1,5 dengan tujuan untuk memperkecil ralat pada perhitungan balik konsentrasi. Hal ini diasumsikan bahwa spektra Nd mengadsorpsi intensitas unsur lain.⁽⁵⁾



Gambar 4. Hubungan antara konsentrasi Nd dengan intensitas.

Kelemahan pada penelitian ini antara lain XRF menggunakan sumber radiasi Am-241 (bukan tabung), sehingga waktu peluruhan ikut berpengaruh pada ketelitian intensitas. Pemilihan teknik pencacahan tidak dilakukan yang menyangkut pengukuran pembanding jumlah pulsa tetap dan pembanding waktu cacah tetap, karena keterbatasan kemampuan alat.⁽²⁾

Aplikasi terhadap cuplikan pasir rirang

Cuplikan diperlakukan sama dengan standar,^(6,8) yaitu dengan menimbang 500 mg (50 mesh) ditambah 1 gr pati kanji lalu ditepatkan sampai 6 gr dengan alumina. Digojog selama 30 menit, lalu dibuat pelet dengan tekanan 12 ton. Intensitas yang diberikan diplot pada kurva standar campuran untuk mencari ratio konsentrasi dan intensitas terkoreksi. Intensitas terkoreksi dapat juga dicari dengan perhitungan seperti pada lampiran. Cara ini lebih tepat dibandingkan dengan cara grafik karena kurva minimum dan maksimum terbatas pada data standar yang dibuat. Tetapi, untuk menghitung ratio konsentrasi cuplikan yang berada di luar data standar cukup sulit, karena pada konsentrasi 0% sudah muncul intensitas dan kurva standar tidak linier. Pendekatan perhitungan dengan

cara ekstra polasi seperti pada contoh perhitungan tidak bisa dipertanggungjawabkan karena slope dari arah kurva tidak menentu. Dengan demikian intensitas cuplikan yang berada di luar data mempunyai kesalahan cukup besar.⁽⁹⁾

KESIMPULAN

Dari uraian diatas, maka dapat ditarik suatu kesimpulan sebagai berikut :

1. Secara kuantitatif konsentrasi unsur (%) tidak terpengaruh oleh volume bagahn. Sehingga konsentrasi unsur (%) didalam campuran 500 mg seharusnya sama dengan konsentrasi unsur (%) dalam 6.000 mg.
2. Pengenceran bahan standar padat dipilih bahan yang sedikit memberikan intensitas, yaitu alumina.
3. Pengenceran standar padat campuran Ce, La dan Nd sangat berpengaruh pada kenaikan intensitas, karena adanya saling interferensi diantara puncak-puncak yang berdekatan, kurva stndar yang tidak linier, interferensi antara bahan dan pengencer atau karena peluruhan sumber eksitasi dan daya pisah detektor.
4. Kenaikkan intensitas proporsional dengan kenaikan konsentrasi, yaitu semakin tinggi konsentrasi faktor proporsional semakin kecil. Faktor proporsional (Fp) La antara 0,48 – 0,82 dengan ralat intensitas $\pm 3,58\%$. Fp untuk Ce antara 0,42 – 0,64 dengan ralat intensitas $\pm 2,37\%$, sedangkan Fp untuk Nd antara 0,48-0,82 dengan ralat intensitas $\pm 2,69\%$.
5. Dari ketiga unsur logam tanah jarang yang dicampur (Ce, La, Nd), maka unsur Nd mengadsorbsi paling besar intensitas puncak-puncak lain.

DAFTAR PUSTAKA

1. TERTIAN R., A rapid and accurate X-Ray determination on the rare earth element in solid or liquid materials using the double dilution method “, 17th Denver X-Ray Conference, Agust., (1968).
2. MULLER, R.O., Spectrochemical analysis by X-Ray fluorescence, Plenum Press, NY, p 106-138, (1972).
3. DJATI PRAMONO, Petunjuk Pratikum Spektrometri Pendar Sinar X “, PPNY-BATAN, Yogyakarta, (1997).
4. PUSDIKLAT BATAN, Radiokimia, Kursus Orientasi sarjana Baru BATAN, Yogyakarta, (1986).

5. BERTIN, E.P., Introduction of X-Rayspectrometry analysis, Plenum Press, NY, p 23-46, p 59-81, (1967).
6. SRI SUKMAJAYA, Pemisahan logam tanah jarang dari pasir rirang dengan cara dijesti basa, PATN-BATAN, Yogyakarta, p 38-54, (1999).
7. HEIDEL, R.H and FASSEL, V.A., X-ray fluoresent spectrometric detrmination of yttrium in rare earth mixtures , Anal. Chem. 30, p 176, (1958).
8. HIRONO, S.,” Dressing, decomposition, and purification of Rirang ores “, Proceeding Meeting on Uranium Eclporation, Mining, and Extraction, Noc, Miv. Dev. Cent, NAEA, p 97-101, (1995).
9. ANTON, H., Aljabar linier elementer, Drexel University, Erlangga, p 8-77, (1988).

LAMPIRAN

Contoh Perhitungan

Misalnya pada tabel 4 standar La campuran, C_B adalah konsentrasi (%) dibagi 100, karena diambil ratio 1. Sedangkan intensitasnya dikalikan 10^4 .

Harga N_{B2x}/N_{Bx} :

$$\text{Titik ke 2 : } \frac{0,5981}{0,3651} - 1 = 0,638181$$

Titik ke 3 :

$$\frac{(0,005116/0,001705 - 1) \times 0,8191}{(0,8191/0,3651 - 1)} = 1,317802$$

$$\frac{0,8191}{1,317802} = 0,621565$$

Titik ke 4 :

$$\frac{(0,006821/0,003411 - 1) \times 0,894}{0,894/0,5981 - 1} = 1,806504$$

$$\frac{0,894}{1,8065} = 0,494878$$

Titik ke 5 :

$$\frac{(0,008527/0,001705 - 1) \times 1,0374}{(1,0374/0,3651 - 1)} = 2,254147$$

$$\frac{1,0374}{2,2541} = 0,460218$$

Titik ke 6 :

$$\frac{(0,010232/0,001705 - 1) \times 1,1322}{1,1322/0,3651 - 1} = 2,694976$$

$$\frac{1,1322}{2,6949} = 0,420115$$

Mencari N_{B2x} :

$$\text{Titik ke 2 : } 0,5981/0,638181 = 0,9372$$

$$\text{Titik ke 3 : } 0,8191/0,621565 = 1,3178$$

$$\text{Titik ke 4 : } 0,8940/0,494878 = 1,8065$$

Titik ke 5 : $1,0374/0,460218 = 2,2541$
 Titik ke 6 : $1,1322/0,420115 = 2,6950$

Mencari konsentrasi pengenceran La :

Konstanta dari standar padat La tunggal dipakai sebagai pembagi elemen-elemen N_{B2xk} dari standar padat La campuran.

$0,9372/2,6886 = 0,3486$
 $1,3178/2,6886 = 0,4901$
 $1,8065/2,6886 = 0,6719$
 $2,2541/2,6886 = 0,8384$
 $2,6950/2,6886 = 1,0024$

Mencari konstanta standar padat La tunggal :

$\frac{6,8026}{0,017764/0,007106} = 2,7212$
 $\frac{13,4711}{0,035528/0,007106} = 2,6944$
 $\frac{26,5004}{0,07105/0,007106} = 2,6501$

Aplikasi terhadap cuplikan pasir rirang

| Kode | Ce | La | Nd | $C_A \cdot 10^{-2}$ | $C_B \cdot 10^{-3}$ | $C_C \cdot 10^{-3}$ |
|--------|-------|-------|-------|---------------------|---------------------|---------------------|
| RBS 50 | 28612 | 10656 | 15915 | 1,9615 | 8,353 | 9,407 |
| RB 50 | 26614 | 10982 | 17762 | 1,8269 | 8,471 | 10,615 |
| RBR 50 | 13720 | 5266 | 6661 | 0,5595 | 2,615 | 3,333 |
| RBR 50 | 15407 | 7427 | 8388 | 0,6071 | 4,529 | 3,889 |
| RXS 50 | 13794 | 5577 | 6538 | 0,5595 | 3,154 | 2,154 |
| RX 50 | 16825 | 7001 | 9137 | 0,6667 | 4,176 | 3,154 |

Mencari konsentrasi Ce

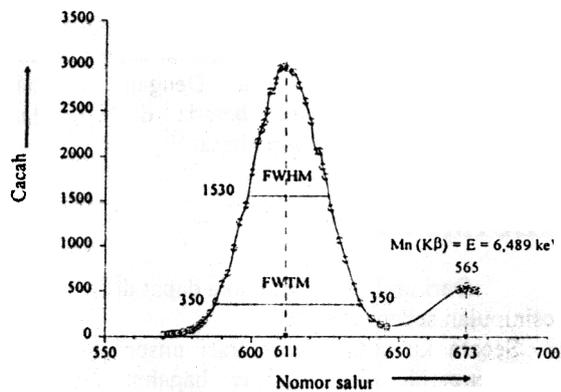
| Kode | $C_A \cdot 10^{-2}$ | Intensitas ($\times 10^4$) | N_{Azd}/N_{Ax} | N_{B2d} | Konsentrasi Ce (%) |
|--------|---------------------|------------------------------|------------------|-----------|--------------------|
| RBS 50 | 1,9615 | 2,8612 | 0,455612 | 6,2799 | 2,0898 |
| RB 50 | 1,8269 | 2,6614 | 0,446647 | 5,9586 | 1,9829 |
| RBR 50 | 0,5595 | 1,3720 | 0,803480 | 1,7076 | 0,5682 |
| RBR 50 | 0,6071 | 1,5407 | 0,891928 | 1,7274 | 0,5748 |
| RXS 50 | 0,5595 | 1,3794 | 0,815322 | 1,6918 | 0,5630 |
| RX 50 | 0,6667 | 1,8825 | 0,891682 | 1,8869 | 0,6279 |

Mencari konsentrasi La

| Kode | $C_B \cdot 10^{-3}$ | Intensitas ($\times 10^4$) | N_{Bzd}/N_{Bx} | N_{B2d} | Konsentrasi La (%) |
|--------|---------------------|------------------------------|------------------|-----------|--------------------|
| RBS 50 | 8,353 | 1,0656 | 0,492073 | 2,1655 | 0,8054 |
| RB 50 | 8,471 | 1,0982 | 0,505992 | 2,1704 | 0,8073 |
| RBR 50 | 2,615 | 0,5266 | 0,828788 | 0,6354 | 0,2363 |
| RBR 50 | 4,529 | 0,7427 | 0,624424 | 1,1894 | 0,4424 |
| RXS 50 | 3,154 | 0,5577 | 0,620727 | 0,8985 | 0,3342 |
| RX 50 | 4,176 | 0,7001 | 0,633118 | 1,1058 | 0,4113 |

Mencari konsentrasi Nd

| Kode | C_C ($\times 10^{-2}$) | Intensitas ($\times 10^4$) | N_{Czd}/N_{Cx} | N_{C2d} | $\frac{N_{C2d}}{1,5}$ | Konst. Nd (%) |
|--------|----------------------------|------------------------------|------------------|-----------|-----------------------|---------------|
| RBS 50 | 0,9407 | 1,5915 | 0,455639 | 3,4929 | 2,3286 | 1,0067 |
| RB 50 | 1,0615 | 1,7762 | 0,461860 | 3,8457 | 2,5638 | 1,1083 |
| RBR 50 | 0,3333 | 0,6661 | 0,290275 | 2,2947 | 1,5298 | 0,6613 |
| RBR 50 | 0,3889 | 0,8388 | 0,476580 | 1,7600 | 1,1733 | 0,5072 |
| RXS 50 | 0,2154 | 0,6538 | 0,977959 | 0,6685 | 0,4457 | 0,1927 |
| RX 50 | 0,3154 | 0,9137 | 0,890716 | 1,0258 | 0,6839 | 0,2956 |



Gambar 5. Hubungan antara nomor salur dengan cacah (Fe-55).

Dengan gambar 5 tersebut kemudian ditentukan parameter karakteristik detektor Si(Li) sebagai berikut :

$$\text{Harga nisbah eV/salur} = \frac{595 \text{ eV}}{\text{Mn(K}\beta) - \text{Mn(K}\alpha)}$$

$$= 9,597 \text{ eV/salur}$$

Penentuan FWHM (salur)

$$\text{Cacah sebelum puncak} = \frac{1827 - 1530}{1827 - 1457} = 0,803 \text{ salur}$$

$$\text{Cacah setelah puncak} = \frac{1780 - 1530}{1780 - 1428} = 0,710 \text{ salur}$$

Jumlah salur diatas garis horizontal FWHM = 18 salur.

$$\text{Jadi FWHM} = (18 + 0,803 + 0,710) \text{ salur} = 19,513 \text{ salur.}$$

Penentuan daya pisah

$$\text{Daya pisah} = \text{FWHM} \times \text{Harga nisbah}$$

$$= 19,513 \text{ salur} \times 9,597 \text{ eV/salur}$$

$$= 187,266 \text{ eV.}$$

% kesalahan untuk detektor Si(Li) =

$$\frac{189 - 187,266}{187,266} \times 100\% = 0,92\%.$$

Penentuan simetri puncak

$$\text{Cacah sebelum puncak} = \frac{382 - 350}{382 - 256} = 0,254 \text{ salur}$$

$$\text{Cacah setelah puncak} = \frac{373 - 350}{373 - 201} = 0,134 \text{ salur}$$

Jumlah salur diatas garis horizontal FWTM = 29 salur

$$\text{Jadi FWTM} = (29 + 0,254 + 0,134) \text{ salur} = 29,388 \text{ salur}$$

$$\text{Simetri puncak} = \frac{\text{FWTM}}{\text{FWHM}} = \frac{29,388}{19,513} = 1,506.$$

TANYA JAWAB

Murdani S.

- Apakah sudah diuji kekompakan serbuk didalam pelet dengan uji tekan dan uji tarik ?
- Apa fungsi penambahan pengotor ? Mengapa titik berat pengotor melebihi berat maksimum untuk standar ?

Sri Sukmajaya

- ✧ Uji tekan dan tarik terhadap pelet belum dilakukan, karena secara operasional pelet tidak mengalami stress atau peregang/strength, kekompakan serbuk didalam pelet cukup bagus. Tetapi bila alat cetak sudah cacat/tidak smooth maka serbuk didalam pelet sebagian kecil tertinggal.
- ✧ Untuk mendekati kombinasi koefisien absorpsi massa matrik yang biasanya dimiliki cuplikan proses aplikatif (batuan/pasir). Tidak diperhatikan perbedaan berat antara pengotor dan standar karena tidak cukup berpengaruh terhadap unsur yang diteliti. Yang penting bahwa total berat pengotor terdiri dari 13 macam unsur logam (alkali, transisi, berat).

Djati Pramana

- Mengapa unsur Sm dan Pr disertakan dalam standar Ce, La dan Nd ?
- Mengapa intensitas Nd pada standar campuran dibagi 1,5 ?
- Apa tujuannya menghitung faktor proporsional ?

Sri Sukmajaya

- ✧ Pada penelitian lain Sm dan Pr mengabsorpsi fluoresence unsur-unsur dengan nomer atom lebih rendah, misal terhadap La dan Ce. Sebaliknya Ce, La, Nd intensitasnya menjadi terkoreksi oleh adisi fluoresence Sm dan Pr.
- ✧ Diasumsikan bahwa spektra Nd mengabsorpsi intensitas unsur lain, tujuannya untuk memperkecil ralat pada perhitungan balik konsentrasi.

- ✧ Faktor proporsional merupakan harga konstan pengencer yang dihitung, ditentukan dengan bantuan standar, dimana batasan $2x$ diketahui dari preparasi. Dua fraksi dari rasio konsentrasi 1 : 2 berhubungan dengan intensitas yang dikoreksi, dimana sejumlah unsur A tunggal dan A komponen lain didekomposisi dengan pengencer sama.

Dwi Biyantoro

- Pati kanji sebagai bahan organik ($\pm 16\%$ dalam campuran) < apakah tidak mengabsorpsi intensitas unsur-unsur Ce, La, Nd ?
- Adakah kemungkinan pati kanji sebagai perekat diganti dengan bahan perekat lain ? Contoh dan caranya.
- Bagaimana cara memilih tenaga (kvV) unsur-unsur Ce, La, Nd ?
- Mengapa dipilih puncak $K\alpha$ dan bukan $K\beta$?

Sri Sukmajaya

- ✧ Pada metode pengenceran, interaksi antara komponen individu direduksi oleh pelarut/pengencer. Kombinasi koefisien absorpsi massa digantikan oleh koefisien massa yang berisi kontribusi komponen dan kontribusi pengencer, sehingga konsentrasi secara proporsional mendekati intensitas komponen dan menghasilkan kurva kalibrasi garis lurus.
- ✧ Bisa, contoh : satu bagian cuplikan bubuk (-0,06 mm) dicampur dengan lima bagian Borax ($Na_2B_4O_7$) dan lima bagian Lithium karbonat, dipanaskan pada crucibel grafit dan dianil 1000 OC selama 5 menit.
- ✧ Dungeon cara sederhana, masing-masing spektra unsur (Ce, La, Nd, Pr, Sm) diplot/ditumpuk menjadi satu dengan basis garis dasar pena rekorder, maka akan kelihatan puncak unsur-unsur tidak terduplikasi/berinterferensi puncak unsur lain.
- ✧ Dipilih tenaga $K\alpha$ sebab puncak-puncaknya bebas dan mempunyai intensitas lebih besar dibanding $K\beta$.