UNIVERSITAS GADJAH MADA

LABORATORIUM PENELITIAN DAN PENGUJIAN TERPADU
UNIVERSITAS GADJAH MADA

PRAKTIKUM INSTRUMEN X-Ray Fluorescence (XRF) Spectrometry

LPPT UGM - Rabu, 05 Oktober 2022
Hestining Ajeng Permatasari, S.Pd., M.Sc.
Teknisi XRF – LPPT UGM

TUJUAN PENGGUNAAN XRF

UJI KUALITATIF

- Digunakan untuk mengidentifikasi unsur-unsur yang terkandung di dalam sampel yang diuji.
- Dilakukan dengan mengidentifikasi panjang gelombang spesifik (WDXRF) atau energi sinar X (EDXRF) dari setiap nomor atom elemen yang dianalisis

UJI KUANTITATIF

- Digunakan untuk mengetahui konsentrasi elemen atau unsur yang terkandung di dalam sampel yang diuji.
- Dilakukan dengan metode kurva kalibrasi dan parameter fundamental serta membutuhkan sampel standard

TIDAK BISA DILAKUKAN DI LPPT-UGM, HASIL UJI HANYA BERSIFAT SEMI-KUANTITATIF

QUANTITATIVE ANALYSIS

Standardless FP

Algoritma digunakan untuk menghitung hubungan antara intensitas dan konsentrasi tiap elemen di dalam sampel

Hasilnya biasanya dalam 10 - 20% dari nilai sebenarnya

FP with Standard

Hubungan antara intensitas dan konsentrasi ditentukan menggunakan sampel standard (jumlah absolut)

Hasilnya biasanya dalam rentang 5 – 10% dari nilai sebenarnya

APLIKASI UNTUK UJI XRF

SOIL SURVEYS

MINING

PETROLEUM INDUSTRY

SEMEN

BATUAN GAMPING

LOGAM

BENTUK JENIS SAMPEL XRF

METAL / ALLOY

LEMPENG LOGAM

CINCIN

PENITI

LOOSE / GRINDIL POWDER

POWDER

PRESSED SAMPLE

FUSION BEAD

LIQUID

LIQUID

YANG DIDUGA ADA KANDUNGAN LOGAMNYA

BULK

BATUAN

KERIKIL

DIPREPARASI MENJADI LOOSE POWDER

PENJELASAN BENTUK SAMPEL

Sample cairan

- Tipe sample yang diperoleh dari lingkungan seperti minyak dan air
- Tidak membutuhkan preparasi yang rumit
- Harus homogen

Sampel serbuk

- Ukuran partikel ± 200 mesh
- Ukuran partikel mempengaruhi hasil
- Harus homogen

Sample bulk

- Logam, plastic dan kaca atau keramik
- Pelapisan permukaan akan mempengaruhi komposisi kimia yang terbaca
- Permukaan harus homogen

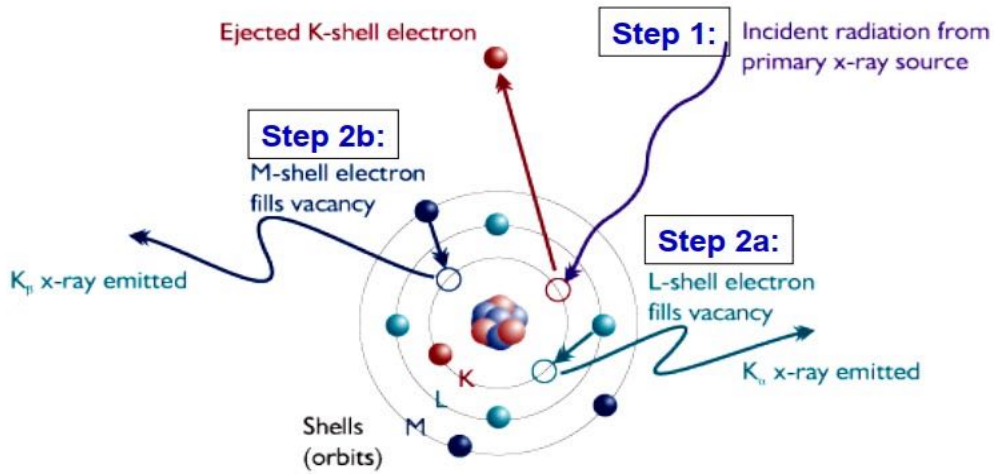
Pressed Powder

- Sampel batuan, semen, lumpur, alumina, fly ash dan lain-lain
- Agen pengikat seperti lilin dapat digunakan untuk memperkuat sample
- Harus homogen

Fused Beads

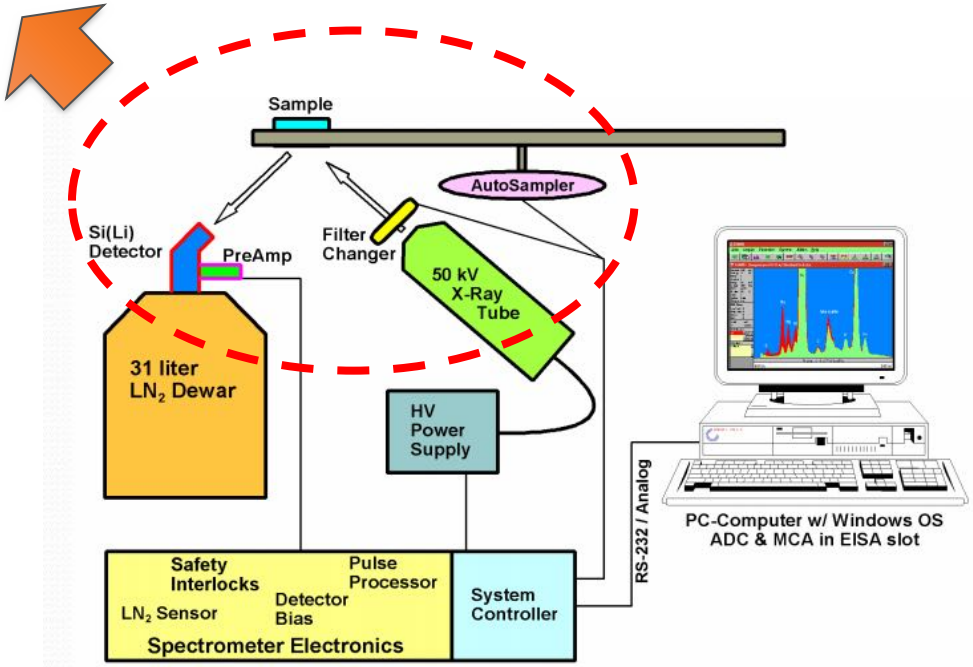
- Sampel batuan, semen, bijih besi dan lain-lain
- Sample dicampur dengan flux. Digesti fluxing selalu penting bila dibutuhkan presisi yang tinggi
- Permukaan harus homogen

PRINSIP KERJA XRF



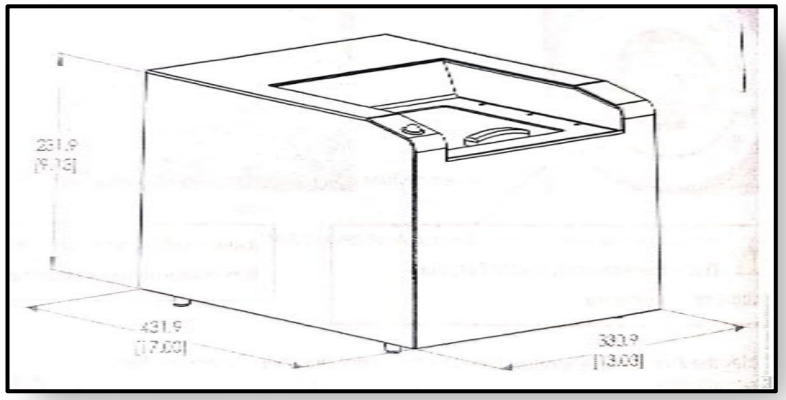
- Berdasarkan identifikasi dan pencacahan karakteristik sinar-X yang terjadi akibat efek fotolistrik
- Efek fotolistrik terjadi karena electron dalam atom target pada sample terkena sinar X

- Ketika sebuah foton sinar-X dengan energi tinggi mengenai sebuah atom, electron dari kulit K akan mengalami eksitasi
- Electron dari kulit L akan mengisi kulit K yang kosong, energi yang dilepaskan saat berpindah adalah energi Kα
- Electron dari kulit M akan mengisi kulit K yang kosong, energi yang dilepaskan saat berpindah adalah energi Kβ



SPESIFIKASI XRF DI LPPT

Product name	**NEX QC+ Quantez**
Benefit	Elemental analysis of solids, liquids, powders, alloys, and thin films
Technology	Energy Dispersive XRF (EDXRF) using solid state detector
Core attributes	4W, 50 Kv X-Ray tube, SDD (Silicon-Drift-Detector), analyze Al to U, internal thermal printer



PERBEDAAN EDXRF - WDXRF

UNIVERSITAS GADJAH MADA

	EDXRF	WDXRF
Elemental Range:	From Sodium (Na) to Uranium (U), very accurate and sensitive for heavy metal analysis.	From Beryllium (Be) to Uranium, preferred method for light elements and rare earths.
Pros and Cons:	• Poor energy resolution: ~150 eV • More efficient, less costly. • Fewer optical components. • Acquires an entire spectrum of elements within seconds. • No moving parts, more compact, energy-efficient and has lower operating costs.	• Better energy resolution: ~15-150 eV • Less efficient, more costly. • More optical components, benefits from a higher power x-ray tube. • Wide range of instruments to suit various performance needs. • Moving parts under vacuum, larger footprint.
Samples:	Accommodates almost any sample size.	Accommodates powder or liquid samples in standardized holders and placed in a sample loading system.

ALAT DAN BAHAN

Sample Cup

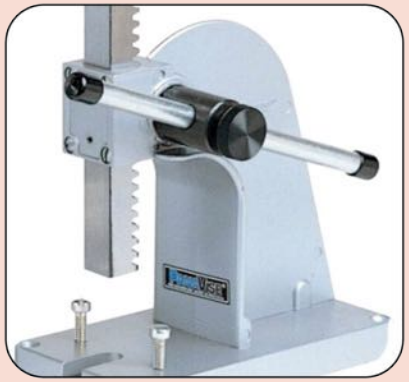
Menggunakan sample cup berdiameter 32 mm yang berfungsi untuk wadah sampel cair dan loose powder

Thin Film / X-Ray Film Roll

Menggunakan thin film prolene sebagai lapisan pelindung transparan untuk melindungi detektor dan tabung sinar-x dari sampel

Spatula

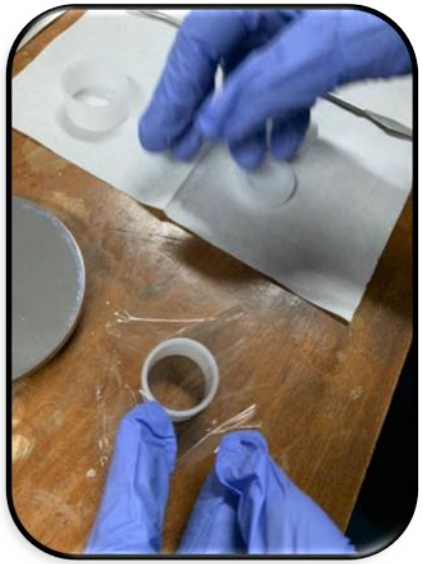
Menggunakan spatula berbahan stainless steel yang berfungsi digunakan untuk menuangkan sampel powder ke dalam sample cup

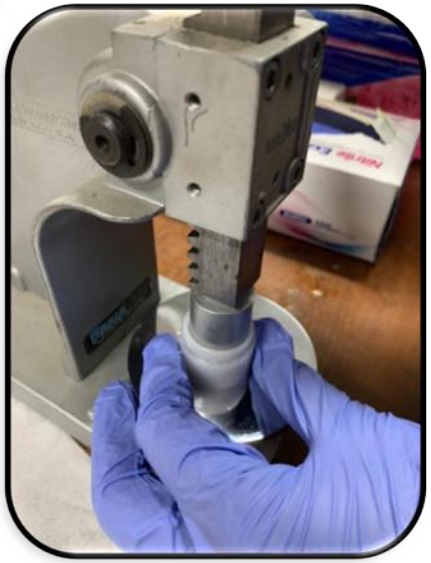


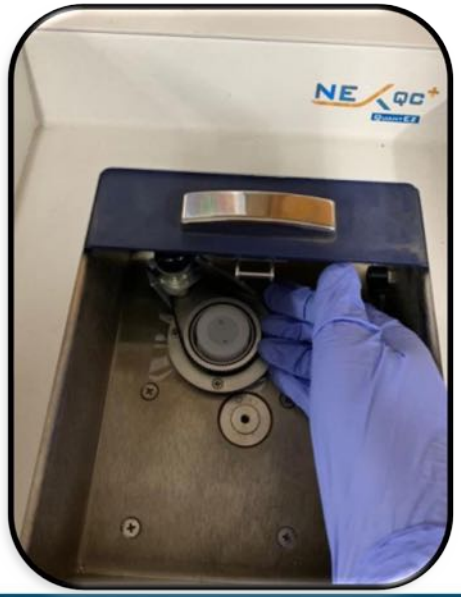
Alat Press

Menggunakan sample press with torque wrench yang berfungsi untuk melakukan pengepressan terhadap sampel loose powder

PROSES PREPARASI SAMPEL



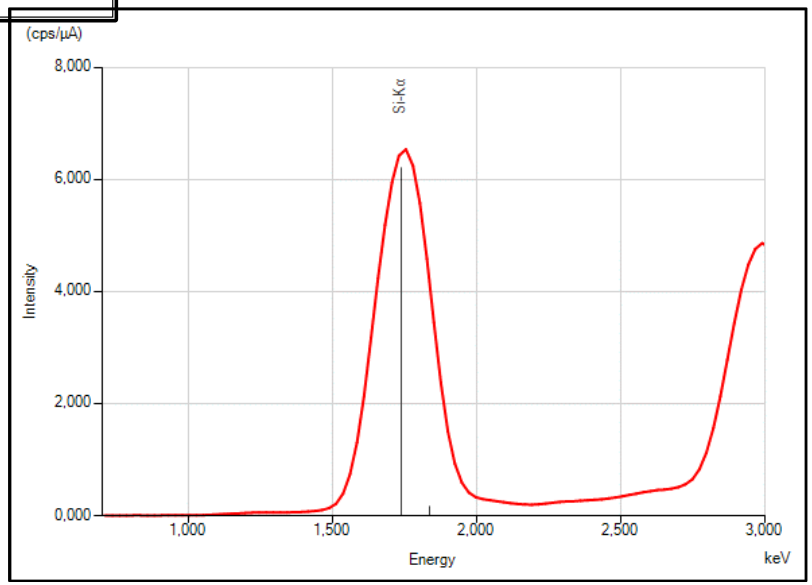




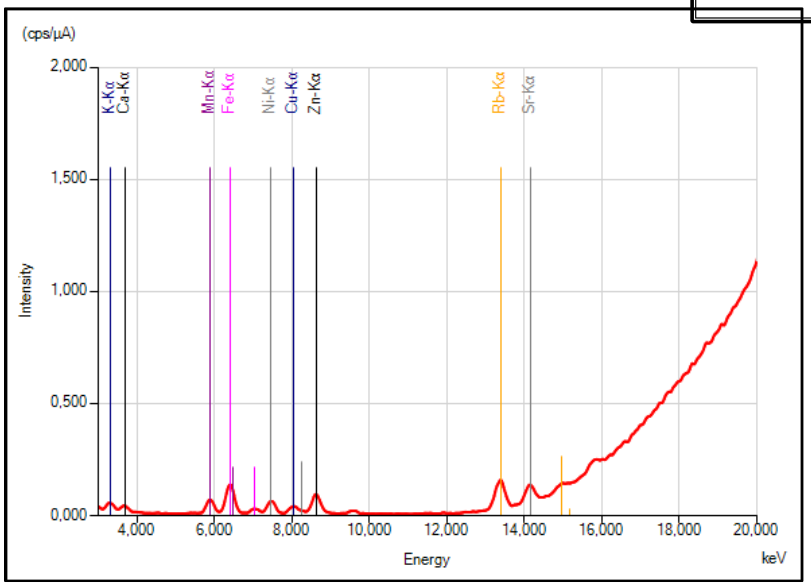
Contoh Spektra Hasil Pembacaan

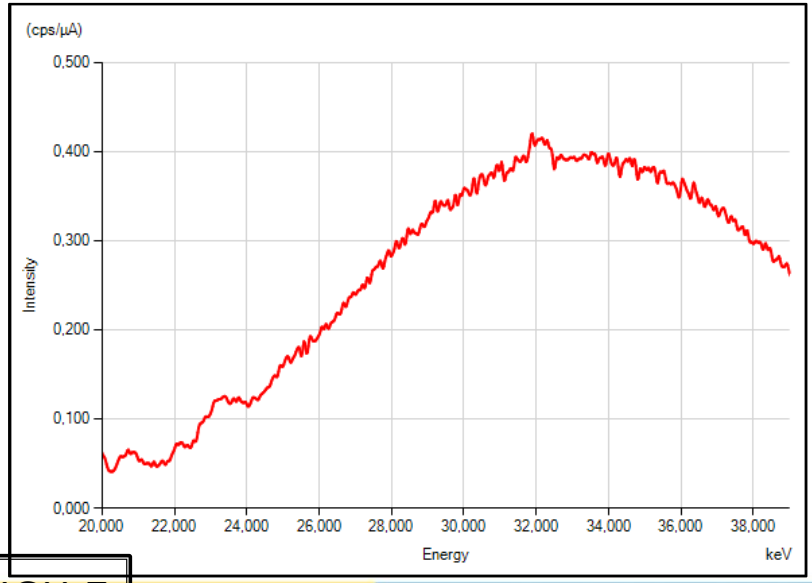
UNIVERSITAS GADJAH MADA

LOW-Z



MID-Z





HIGH-Z

Komponen	Hasil	Standard Deviasi	Satuan
Si	97,09	0,13	mass%
K	1,779	0,095	mass%
Ca	0,784	0,039	mass%
Mn	0,125	0,002	mass%
Fe	0,140	0,001	mass%
Ni	301,7	5,6	mg/kg
Cu	142,4	5,3	mg/kg
Zn	210,2	3,9	mg/kg
Rb	93,0	2,8	mg/kg
Sr	67,3	3,8	mg/kg

Periodic Table of XRF Data

www.bruker.com/hhxrf

1 1.01 0.0007 **H** Hydrogen																	2 4.00 0.0002 **He** Helium
3 6.94 0.53 **Li** Lithium	4 9.01 1.85 **Be** Beryllium Kα 0.108											5 10.81 2.34 **B** Boron Kα 0.183	6 12.01 2.27 **C** Carbon Kα 0.277	7 14.01 0.001 **N** Nitrogen Kα 0.392	8 16.00 0.001 **O** Oxygen Kα 0.525	9 19.00 0.001 **F** Fluorine Kα 0.677	10 20.18 0.0009 **Ne** Neon Kα 0.849
11 22.99 0.97 **Na** Sodium Kα 1.040	12 24.31 1.74 **Mg** Magnesium Kα 1.254											13 26.98 2.70 **Al** Aluminium Kα 1.486	14 28.09 2.33 **Si** Silicon Kα 1.740	15 30.97 1.82 **P** Phosphorus Kα 2.010	16 32.07 2.07 **S** Sulfur Kα 2.309	17 35.45 0.003 **Cl** Chlorine Kα 2.622	18 39.95 0.002 **Ar** Argon Kα 2.958
19 39.10 0.86 **K** Potassium Kα 3.314	20 40.08 1.54 **Ca** Calcium Kα 3.692 Lα 0.341	21 44.96 2.99 **Sc** Scandium Kα 4.093 Lα 0.395	22 47.87 4.54 **Ti** Titanium Kα 4.512 Lα 0.452	23 50.94 6.11 **V** Vanadium Kα 4.953 Lα 0.510	24 52.00 7.15 **Cr** Chromium Kα 5.415 Lα 0.572	25 54.94 7.44 **Mn** Manganese Kα 5.900 Lα 0.637	26 55.85 7.87 **Fe** Iron Kα 6.405 Lα 0.705	27 58.93 8.86 **Co** Cobalt Kα 6.931 Lα 0.775	28 58.69 8.91 **Ni** Nickel Kα 7.480 Lα 0.849	29 63.55 8.93 **Cu** Copper Kα 8.046 Lα 0.928	30 65.38 7.13 **Zn** Zinc Kα 8.637 Lα 1.012	31 69.72 5.91 **Ga** Gallium Kα 9.251 Lα 1.098	32 72.64 5.32 **Ge** Germanium Kα 9.886 Lα 1.188	33 74.92 5.78 **As** Arsenic Kα 10.543 Lα 1.282	34 78.96 4.81 **Se** Selenium Kα 11.224 Lα 1.379	35 79.90 3.12 **Br** Bromine Kα 11.924 Lα 1.481	36 83.80 0.004 **Kr** Krypton Kα 12.648 Lα 1.585
37 85.47 1.53 **Rb** Rubidium Kα 13.396 Lα 1.692	38 87.62 2.64 **Sr** Strontium Kα 14.165 Lα 1.806	39 88.91 4.47 **Y** Yttrium Kα 14.958 Lα 1.924	40 91.22 6.51 **Zr** Zirconium Kα 15.775 Lα 2.044	41 92.91 8.57 **Nb** Niobium Kα 16.615 Lα 2.169	42 95.94 10.22 **Mo** Molybdenum Kα 17.480 Lα 2.292	43 (98) 11.50 **Tc** Technetium Kα 18.367 Lα 2.423	44 101.07 12.37 **Ru** Ruthenium Kα 19.279 Lα 2.558	45 102.91 12.41 **Rh** Rhodium Kα 20.216 Lα 2.697	46 106.42 12.02 **Pd** Palladium Kα 21.177 Lα 2.838	47 107.87 10.50 **Ag** Silver Kα 22.163 Lα 2.983	48 112.41 8.69 **Cd** Cadmium Kα 23.173 Lα 3.133	49 114.82 7.31 **In** Indium Kα 24.210 Lα 3.286	50 118.71 7.29 **Sn** Tin Kα 25.271 Lα 3.444	51 121.76 6.69 **Sb** Antimony Kα 26.359 Lα 3.604	52 127.60 6.23 **Te** Tellurium Kα 27.473 Lα 3.768	53 126.90 4.93 **I** Iodine Kα 28.612 Lα 3.938	54 131.29 0.006 **Xe** Xenon Kα 29.775 Lα 4.110
55 132.91 1.87 **Cs** Cesium Kα 30.973 Lα 4.285	56 137.33 3.59 **Ba** Barium Kα 32.194 Lα 4.466	57 138.91 6.15 **La** Lanthanum Kα 33.442 Lα 4.647	72 178.49 13.31 **Hf** Hafnium Lα 7.899 Mα 1.646	73 180.95 16.65 **Ta** Tantalum Lα 8.146 Mα 1.712	74 183.84 19.25 **W** Tungsten Lα 8.398 Mα 1.775	75 186.21 21.02 **Re** Rhenium Lα 8.652 Mα 1.843	76 190.23 22.61 **Os** Osmium Lα 8.911 Mα 1.907	77 192.22 22.65 **Ir** Iridium Lα 9.175 Mα 1.980	78 195.08 21.46 **Pt** Platinum Lα 9.442 Mα 2.050	79 196.97 19.28 **Au** Gold Lα 9.713 Mα 2.123	80 200.59 13.53 **Hg** Mercury Lα 9.989 Mα 2.195	81 204.37 11.85 **Tl** Thallium Lα 10.269 Mα 2.271	82 207.20 11.34 **Pb** Lead Lα 10.551 Mα 2.342	83 208.98 9.81 **Bi** Bismuth Lα 10.839 Mα 2.423	84 (209) 9.32 **Po** Polonium Lα 11.131 Mα 2.499	85 (210) 7.00 **At** Astatine Lα 11.427 Mα 2.577	86 (222) 0.01 **Rn** Radon Lα 11.727 Mα 2.654
87 (223) 1.87 **Fr** Francium Lα 12.031 Mα 2.732	88 (226) 5.50 **Ra** Radium Lα 12.339 Mα 2.806	89 (227) 10.07 **Ac** Actinium Lα 12.652 Mα 2.900															
				58 140.12 6.77 **Ce** Cerium Lα 4.839 Mα 0.884	59 140.91 6.77 **Pr** Praseodymium Lα 5.035 Mα 0.927	60 144.24 7.01 **Nd** Neodymium Lα 5.228 Mα 0.979	61 (145) 7.26 **Pm** Promethium Lα 5.432 Mα 1.023	62 150.36 7.52 **Sm** Samarium Lα 5.633 Mα 1.078	63 151.96 5.24 **Eu** Europium Lα 5.849 Mα 1.131	64 157.25 7.90 **Gd** Gadolinium Lα 6.053 Mα 1.181	65 158.93 8.23 **Tb** Terbium Lα 6.273 Mα 1.240	66 162.50 8.55 **Dy** Dysprosium Lα 6.498 Mα 1.293	67 164.93 8.80 **Ho** Holmium Lα 6.720 Mα 1.348	68 167.26 9.07 **Er** Erbium Lα 6.949 Mα 1.404	69 168.93 9.32 **Tm** Thulium Lα 7.180 Mα 1.462	70 173.04 6.97 **Yb** Ytterbium Lα 7.416 Mα 1.526	71 174.47 9.84 **Lu** Lutetium Lα 7.655 Mα 1.580
				90 232.04 11.72 **Th** Thorium Lα 12.968 Mα 2.996	91 231.04 15.37 **Pa** Protactinium Lα 13.291 Mα 3.082	92 238.03 18.95 **U** Uranium Lα 13.614 Mα 3.171	93 (237) 20.45 **Np** Neptunium Lα 13.946 Mα 3.250	94 (244) 19.84 **Pu** Plutonium Lα 14.282 Mα 3.339	95 (243) 13.69 **Am** Americium Lα 14.620 Mα 3.438	96 (247) 13.51 **Cm** Curium	97 (247) 14.79 **Bk** Berkelium	98 (251) 15.1 **Cf** Californium	99 (252) 13.5 **Es** Einsteinium	100 (257) **Fm** Fermium	101 (258) **Md** Mendelevium	102 (259) **No** Nobelium	103 (262) **Lr** Lawrencium

Atomic number
35 79.90 — Atomic weight
Br 3.12 — Density (g/cm³)
Symbol
Bromine — Element name
Kα 11.924
Lα 1.481 — Energy (keV)
Spectral line

Balance Component

- Unsur yang tidak terdeteksi oleh XRF tetapi diyakini sebagai unsur dominan di dalam sampel.
- diperlukan bila sampel mengandung komponen yang tidak terukur oleh XRF, seperti C, H, O, dan N.

Default Settings (Component Selection) for Each Template

Template	Model	Comp.	Balance	Flux
Metal	Bulk	Element	–	–
Oxide Powder (Powder, Pellet)	Bulk	Element	O	–
Oxide Powder (Powder_Oxide, Pellet_Oxide)	Bulk	Oxide	–	–
Bead	Bulk	Oxide	–	$Li_2B_4O_7$
Polymer (Powder, Pellet)	Thin film	Element	PP	–
Liquid	Thin film	Element	H_2O	–
Oil	Thin film	Element	Oil	–

KELEBIHAN – KEKURANGAN XRF

KELEBIHAN

- Mudah digunakan dan sam ple dapat berupa padat, serbuk dan cairan
- Tidak merusak sample (Non Destructive), sample utuh dan analisis dapat dilakukan berulang-ulang
- Banyak unsur dapat dianalisis sekaligus
- Konsentrasi unsur dapat dari ppm hingga 100%

KEKURANGAN

Tidak dapat mengetahui senyawa apa yang dibentuk oleh unsur-unsur yang terkandung dalam material yang akan kita teliti.

Form Pengujian XRF di LPPT-UGM

UNIVERSITAS GADJAH MADA

PENGUJIAN XRF

No. Permintaan (*diisi petugas*)	
Nama/jenis sampel (*sebutkan secara jelas, tidak disingkat*)	
Jumlah sampel	
Kode sampel (*sesuai di label sampel*)	

Bentuk sampel	**Biaya per sampel (Rp)**
Pelat/lempeng	125.000
Cair/Serbuk halus (≥ 200 mesh)	150.000
Serbuk kasar/granul	200.000
Analisis dalam bentuk: unsur/oksida* (*coret yang tidak perlu*)	
Catatan:	Nama & TT Customer

Ketentuan uji XRF:

1. Sampel padat besar (*rigid bulk*, contoh: logam, batu dll) harus dibuat dalam bentuk lempeng lingkaran dengan permukaan halus berdiameter 30 mm, tebal minimal 3 mm.
2. Sampel cair volume minimal 10 mL, tidak mudah menguap, tidak bereaksi dengan polimer.
3. Sampel serbuk volume minimal setara dengan 10 mL cairan.
4. Analisis bersifat kualitatif (*Standardless Fundamental Parameter*) menggunakan jenis instrumen Energy Dispersive XRF untuk unsur/oksida dengan nomor atom $Z \geq 13$ (Aluminum).
5. Sampel dengan komponen utama berupa unsur/senyawa atom ringan, $Z < 13$ atau senyawa organik (HCNO) harap disebutkan dengan jelas komponen utamanya.

TERIMA KASIH

Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu
Universitas Gadjah Mada
Jl. Kaliurang Km.4 Sekip Utara Yogyakarta 55281
LPPT UNIT 1 +62 274 548348 atau +62 274 546868
LPPT UNIT 4 (Hewan Coba) +62 274 584180
+6282328276111
lppt_info@mail.ugm.ac.id