

VOT 75173

PEMBINAAN DAN PENGUJIAN
KEBOK OPTIK PANTULAN PENUH SINAR-X

MANAN MUNHAMAD JAIB
JASMY YUNUS
LEE SIAK KUAN

RMC
2004

PENGHARGAAN

Pertama-tama ingin saya mengucapkan shabas kepada semua pelajar saya, Mohd Marzuki b Mohd Yusof, Mohd Erwan b Misran, Josephine Liew Ching Chyi, Nd Sook Kien yang telah merintis jalan kearah TXRF. Kecekalan anda semasa menjalankan ujian dan merintis pembinaan sistem ini saya hargai. Kesabaran anda apabila mesin sinar-X mengalami kerosakan dan menunggu masa untuk diperbaiki tidak menjadi penghalang kepada anda semua.

Kepada Dr G Vernasconi, yang telah memberi tunjuk ajar semasa penulis berada di makmal Seibersdorf, Austria dibawah skim bantuan IAEA saya ucapkan berbanyak terima kasih.

Akhirnya saya mengucapkan terima kasih kepada pimpinan RMC yang telah menyediakan dana dengan Vot 75173 walaupun tidak sempat saya gunakan, tetapi ianya telah memberikan semangat bagi saya untuk merintis jalan bagi membina sistem baru dengan menggunakan mesin penjana sinar-X yang sangat lama di Jabatan Fizik UTM.

Terima kasih kepada En Lee SiakKuan, En Jaafar dan kawan-kawan yang lain yang turut sama dalam menjayakan projek ini.

Absrtak

Kebok optik bagi sistem TXRF telah dibina. Penjajaran titik pantulan penuh telah dilakukan secara manual. Hasil penembakan sampel pada titik pantulan telah diuji. Sampel dengan berbagai kepekatan telah digunapakai. Garis linear bagi kepekatan sampel yang berbeza menunjukkan sensitibiti sistem adalah baik. Kuasa pengesanan sistem bertambah baik apabila bahan quartz digunakan sebagai pemegang sampel berbanding perspek.

Abstract

Optical box for the TXRF system was developed. Alignment for the total reflection point of the x-ray beams has been done manually. Sampel targetted at the reflection point has been tested. Sampels with difference concentrations have been used. Linearity of the system was good. The detection power of the system is better for quarts compared to perspects.

KANDUNGAN

BAB	PERKARA	MUKA SURAT
	Judul	i
	Penghargaan	ii
	Abstrak	iii
	Abstract	iv
	Kandungan	v
	Senarai Jadual/Tabel	vii
	Senarai Rajah	viii
	Senarai Graf	ix
BAB1	PENDAHULUAN	
	1.1. Pengenalan	1
	1.2 Objektif	1
	1.3 Skop	2
BAB 2	KAJIAN LITERATUR	
	2.1 Kaedah TXRF	5
	2.2 Kuasa Pengesanan Sistem	5
BAB 3	METODOLOGI	
	3.1 Binaan Pengatur Sinar-X Terfokus	7
	3.2 Optimisasi	7

BAB 4	EXPERIMEN	
4.1	Data	9
4.2	Perbincangan	9
BAB 5	KESIMPULAN DAN CADANGAN	
5.1	Kesimpulan	18
5.2	Cadangan	18
RUJUKAN		20
LAMPIRAN		

SENARAI TABEL

NO JADUAL	TAJUK	MUKA SURAT
Tabel 1	Kuasa Pengesanan Perspeks	13
Tabel 2	Kuasa Pengesanan Quartz	16
Tabel 3	Perbandingan Kuasa Pengesanan Perspek Dan Quartz	17

SENARAI RAJAH

NO RAJAH	TAJUK	MUKA SURAT
Rajah 1	Rajah Skematik Sistem TXRF Lengkap	3
Rajah 2	Sistem TXRF Pemantul Tunggal	4
Rajah 3	Titik Pantulan Dan Sampel Pandangan Sisi/Atas	8

SENARAI GRAF

NO GRAF	TAJUK	MUKASURAT
Graf 1	Bilangan Latarbelakang Perspeks Terhadap Kepekatan	11
Graf 2	Lineriti Perspeks	12
Graf 3	Bilangan Latarbelakang Quartz Terhadap Kepekatan	14
Graf 4	Lineriti Quartz	15

BAB 1

PANTULAN PENUH SINAR-X PENDERFLUORAN

1.1 Pendahuluan.

Sinar –X telah digunapakai secara meluas dalam bidang analisis tanpa merosak kerana kuasa pengesanan yang tinggi. Pada masa ini kaedah analisis Sinar –X (XRF) telah berkembang kepada Pantulan Penuh Sinar-X (TXRF) yang mempunyai kuasa pengesanan dan kesensitifan yang lebih tinggi. Penggunaan dalam berbagai bidang industri menjadi tumpuan utama misalnya bidang perubatan, industri elektronik dan polusi udara. TXRF mampu dengan mudah akan mengesan adanya unsur-unsur berbahaya dalam daerah kepekatan part per billion (ppb) di udara.

1.2 Objektif

Objektif dari penyelidikan ini ialah untuk:

- Membina satu sistem pantulan penuh pendarfluoran sinar-X (TXRF) yang mampu menganalisis kandungan unsur bahaya di udara atau di persekitaran.
- Menjajarkan kedudukan sinar-X pantulan dan mengoptimum sistem TXRF dengan menggunakan pentas optik berkala mikro.
- Membuat berbandingan bahan pemegang sampel yakni perspeks dan kuartz bagi mengenalpasti parameter sudut genting, sudut kritikal dan kedalaman penembusan.

1.3 Skop

Antara skop penyelidikan yang menjadi tumpuan utama ialah:

- Setelah pengujian peringkat pertama (secara manual) dilakukan maka akan dibina pentas optik yang dikawal sepenuhnya oleh komputer dalam menentukan kedudukan pentas pada arah linear x, y dan z dan putaran pada x,y dan z.
- Membangun program komputer untuk mengawal penjajaran kedudukan dan menentukan kedudukan terbaik sudut pantulan penuh dengan melihat pada paparan pengesanan GM dan akhirnya pada skrin komputer.

1.4 Radas

Susunan skematik sistem TXRF yang lengkap adalah pada **Rajah 1**. Sedangkan sedikit perubahan telah dilakukan semasa sistem dibina di jabatan. Walaupun begitu secara umum terdiri dari kotak optik didalamnya terdapat collimator sinar-X, pemantul, penentukedudukan, diluar kotak optik pula adalah penjana sinar-X, pengesan Si(Li), pengesan GM atau kamera CCD.

Penjajaran sampel adalah dilakukan dengan menggerakkan skru mikrometer secara manual. Hanya satu pemegang sampel atau pemantul digunakan dan pergerakan skru mikro dilakukan secara manual. **Rajah 2** merupakan sisitem yang dibina di jabatan.

Rajah 1. Skematik Sistem TXRF Lengkap

Rajah 2. Sistem TXRF Pemantul Tunggal

BAB 2

KAJIAN LITERATUR

2.0. Kaedah TXRF

Perpandukan pada **Rajah 1**. Sinar-X yang dihasilkan oleh penjana sinar-X berkuasa tinggi dilalukan melalui collimator lubang kecil untuk mendapatkan sinar-X alur kecil terfokus. Sinar-X primari ini diarahkan secara mendatar kepada pemegang sampel yang dikenali juga sebagai pemantul pertama pada sudut tuju kurang dari 0.1 darjah Untuk menganalisis residu granular, satu kaca kuartz telah digunakan, kaca ini bertindak sebagai pemantul penuh sinaran-X atau penapis low pass [1]. Ini bermakna ianya bertindak sebagai penghadang kepada sinar-X tenaga tinggi. Sinar-X tuju akan menembak pemantul kedua tanpa diserap lalu dipantulkan semula pada sudut pada sudut kritikalnya dan dikesan terjadinya oleh kamera CCD. Sinar-X tuju dan pantul itu akan mengujakan sampel dan sampel akan teruja lalu memancarkan sinar-X cirian yang akan dikesan oleh pengesan Si(Li) dan spektrumnya dipaparkan di skrin komputer.

Dengan kata lain, sinar-X pantulan dapat dikesan oleh kamera CCD telah dipantulkan penuh. Sekiranya sampel diletakan pada kedudukan dimana berlakunya titik pantulan penuh, maka pengujaan berganda terjadi, dan tambahan lagi kerana sinar-X tidak menembus pemegang sampel diharapkan serakan Compton dapat diabaikan[1]. Akhirnya kaedah analisis dengan dilakukan dengan meneliti bentuk spektrum boleh dilaksanakan dengan lebih mudah [2],[3],[4],[5]. Kaedah inilah yang dinamakan sebagai kaedah pantulan penuh sinar-X (TXRF).

Untuk menjimatkan belanja kotak optik yang bina menggunakan skru mirometer yang hanya dikawal secara manual dan sinar-X hanya dipantulkan sekali sahaja.

2.2 Kuasa Pengesanan Sistem

Kemampuan suatu sistem spektrometer ditentukan oleh parameter yang dikenali sebagai kuasa pengesanan. Dengan kaedah sinar-X pantulan penuh ini kuasa pengesanan kaedah XRF yang biasa boleh dinaikan ketahap yang lebih baik sehingga kemampuan untuk mengesan kepekatan dari part per million (ppm) berubah menjadi ke ppb [6].

Kerumitan utama kaedah ini ialah usaha untuk mendapatkan sinar-X pantulan penuh pada sudut kritikal yang sangat kecil. Oleh itu pergerakan pemantul dalam arah linear dan arah putaran x,y dan z pada jarak mikro menjadi sangat kritikal, tambahan lagi apabila gerakan itu dilakukan secara manual. Pengawalan gerakan secara berkomputer akan lebih mudah dan dapat mengelakkan ralat eksperimen.

Kuasa pengesanan berkait rapat dengan had pengesanan minimum (MDL). Had pengesanan minimum dapat dinyatakan dengan persamaan dibawah;

$$m_{mdl} = \frac{3}{S} \sqrt{\frac{R_b}{T}} \quad (1)$$

dengan m_{mdl} , jisim atau ketumpatan terendah yang dapat dikesan sistem. S ialah kesensitipan (bilangan puncak dalam cps jisim⁻¹), R_b ialah bilangan latar belakang dan T ialah masa pengukuran. Ini bermakna apabila nilai R_b rendah maka MDL akan menurun. Penurunan MDL bermakna kenaikan kepada kuasa pengesanan sistem. Tambahan lagi apabila nilai S tinggi maka semakin kecil nilai MDL, berarti pula semakin ampuh lah sistem tersebut.

Penggunaan sinar-X pantulan penuh akan menyebabkan pengujian berganda oleh sinar tuju dan sinar pantul, yang bermakna akan menambah besar nilai S. Sedangkan sinar-X pantulan tidak akan menembus pemegang sampel, ini bermakna serakan Comptom dapat dikurangkan, yang berarti pula mengecilkan nilai R_b . Oleh yang demikian pergerakan mikro jarak dan sudut untuk mendapatkan sudut pantulan dan titik pantulan yang tepat dinamakan pengoptimuman sistem.

Dari persamaan (1) MDL adalah sebanding dengan perbandingan puncakanda R_b terhadap S. Sedangkan kuasa pengesanan (kp) pula dinyatakan oleh persamaan berikut;

$$kp \propto \frac{S}{\sqrt{R_b}} \quad (2)$$

Dengan rumus ini maka perbandingan kp bagi perspeks dan quartz ditunjukkan pada **Tabel 3**

BAB 3

METODOLOGI

3.1 Binaan Pengatur Sinar-X Terfokus

Perhatikan **Rajah 2**. Kotak optik dibina dari kepingan aluminium ketebalan 1 cm pengkolimat untuk mendapatkan sinar-x terfokus jarum dibina dari rod kupram. Terjadinya pantulan penuh dikesan dengan menggunakan pegas GM. Pergerakan putaran dalam arah x.dan y dan z dikawal menggunakan skru mikrometer yang digerakan secara manual. Kedudukan sampel, penyokong dan pentas putaran dari pandangan atas/sisi ditunjukkan pada **Rajah 3**.

3.2.Optimisasi

Pengujian optimisasi sistem hendaklah dijalankan. Ini bertujuan untuk melihat samaada sistem telah dijajarkan dengan baik dan sedia untuk digunakan untuk membuat pengukuran. Dalam ujian ini dua pegang sampel yakni perspeks dan kuartz telah digunakan bagi melihat kesan fizikal yang terbaik. Lineariti, kuasa pengesanan dan had pengesanan bagi bagi kedua-dua pemegang sampel didapat dengan menguji sampel berbagai kepekatan.

Rajah 3. Pandangan Sisi/Atas Pentas Putaran Berskala Mikro

BAB 4

DATA DAN PERBINCANGAN

4.1 Data

Sistem yang dibina telah diuji bagi bahan pemantul perspeks dan kuarts. Untuk itu graf bilangan latar belakang bagi perspek ditunjukkan pada **Graf.1**. Lineariti nya pula ditunjukkan pada **Graf.2** dan kuasa pengesanan perspeks pada **Tabel.1**

Pengujian yang sama dilakukan bagi pemegang sampel Kuarts pada **Graf.3,Graf 4.,dan Tabel.2**

Akhirnya perbandingan kuasa pengesanan antara perspek dan kuarts ditunjukkan pada **Tabel 3**.

4.2 Perbincangan

Beberapa perkara penting yang perlu diambil perhatian dalam eksperimen ini ialah ;

1. Penjajaran (alignment) sinar-X agar benar-benar menembak sampel adalah agak rumit dan mengambil masa.
2. Pengkolimat panjang diperlukan bagi mengarahkan sinar-X tuju ke sampel secara lebih efektif.
3. Terjadinya sinar-X pantulan penuh lebih mudah dikesan sekiranya kamera CCD digunakan.
4. Pengawalan pentas putaran manual dapat diperbaiki dengan menggunakan putaran berkala yang lebih sensitif dan dikawal sepenuhnya oleh komputer.

Dalam ujian yang telah dibuat sinar pantulan telah diujarkan dengan baik. Oleh itu sampel yang diletakkan pada titik pantulan telah dapat diuja dengan berkesan. Bilangan latar belakang bagi kedua-dua pemegang sampel masih agak tinggi. Ini dikeranakan ada kemungkinan sampel tidak 100 peratus ditembak oleh sinar-X. Kesan pantulan dan serakan oleh kebuk optik juga dipercayai berlaku. Pun begitu graf lineriti menunjukkan sistem berjaya memberikan respon baik terhadap perubahan kepekatan sampel. Sedangkan didapati quartz menunjukkan kuasa pengesanan yang lebih tinggi berbanding perseks. Ini menunjukkan bahawa bahan yang lebih tumpat dan keras merupakan pemegang sampel yang baik bagi TXRF.

BAB 5

KESIMPULAN DAN CADANGAN

5.1 Kesimpulan

Dari keputusan ujikaji, didapati kesan latar belakang yang diperolehi dengan pemantul quartz adalah 5 kali lebih rendah dibandingkan dengan perspek. Ini pastinya pemantul quartz telah memberikan had pengesanan yang lebih baik dari perspek. Ini berarti quartz memberikan kuasa pengesanan yang lebih baik dari perspeks. Ini bermakna pemegang sampel hendaklah bahan yang tumpat dan keras, yang dapat mengurangkan kedalaman penembusan sinar-X pantulan. Hanya dengan penembusan yang rendah sahaja yang akan mengurangkan sinar latar belakang.

Sampel tetesan sebanyak 5 μ l telah digunakan dibandingkan dengan berat sampel sebanyak 50 g bagi kaedah XRF biasa. Ini bermakna bilangan latar belakang akibat serakan Compton pada matrik sampel dapat dikurangkan dengan banyaknya. Pengurangan ini akan memberi kesan yang besar kepa MDL seperti pada rumus (1). Oleh itu penggunaan sampel yang minut ini menjadi satu lagi kelebihan sisitem TXRF.

5.2 Cadangan

Secara unumnya , TXRF mempunyai MDL yang rendah jika dibandingkan dengan kaedah XRF biasa, ini bermakna kaedah ini dapat mengesan kewujudan sesuatu unsur pada kepekatan unsur yang sangat rendah. Ini bermakna sistem dapat mengesan unsur toksik sebelum ianya menjadi berbahaya kepada kehidupan. Dengan MDL yang sangat rendah bermakna TXRF mempunyai kuasa pengesanan yang tinggi. Sekiranya TXRF dapat dibina dan dikawal sepenuhnya secara berkomputer pastinya penggunaan yang lebih meluas dalam bidang alam sekitar semakin ampuh. Penggunaannya dalam perubatan pula dijangkakan akan meningkat apabila ianya mampu mengesan kandungan unsur-unsur toksik dan beracun dalam aras kepekatan ppb.

Penggunaannya dalam industri pemakanan dan biologi dalam bidang menentukan keadaan ultra tulin suatu bahan dijangkakan berkembang. Perkembangan industri semikonduktor pula dimana ianya memerlukan bilik bersih peringkat tinggi disamping wafer bersih sebelum suatu unit elektronik di bina didalamnya. Maka TXRF dijangkakan akan dapat menyumbangkan fungsinya lebih luas di industri ini.

Pembinaan Sistem ini merupakan sesuatu yang harus dikembangkan di jabatan dan khususnya di UTM. Suatu sistem dengan modul yang terpisah yakni modul tiub sinar-x, modul power supply, modul kebok optik dan modul komputer haruslah diutamakan dibanding dengan hanya membeli sistem satu modul. Kelebihan sistem banyak modul yang dibina berasingan ini benar-benar suatu yang menggambarkan suatu pengembangan ilmu dan kepakaran, disamping mudah untuk memperbaiki sekiranya berlaku sesuatu kerosakan. Penulis percaya bahawa pembinaan berbagai modul ini akan menjana kepakaran disamping boleh memberikan peluang yang banyak bagi pelajar master dan Phd melakukan penyelidikan.

Kejayaan pembinaan kebok optik ini benar-benar bergantung kepada punca sinar-X yang dijanakan oleh mesin sinar-X yang telah berumur lebih dari 20 tahun yang ada di jabatan. Kerosakan yang berlaku pada mesin penjana semasa projek berjalan benar-benar telah membantutkan projek sebenar. Bukan sahaja masa yang lama untuk mendapatkan pakar malahan kekurangan biaya untuk penyelenggaraan. Penulis mencadangkan konsep menyelenggara harus diutamakan dari hanya suka membeli. Boleh membeli tapi mesti ada bajet menyelenggara. Sebuah mesin penjana sinar -X yang sederhana mungkin berharga 500K sedangkan modifikasi agar ianya menjadi ampuh dan bermakna cukup hanya 50K.

Akhirnya tugas penyelidik adalah tugas murni, oleh itu sokongan dan bantuan pihak RMC sangat-sangat diperlukan. Perbincangan untuk memahami kosep harus diutama oleh RMC supaya tujuan penyelidikan oleh penyelidik tidak dibantutkan oleh kerana kurang mendapat input. Pihak UTM sendiri mestilah dengan ikhlas untuk membantu dan bukannya sebaliknya.

Rujukan

- [1] G. Bernasconi, M. Dargie, **M.M.Jaib** and A Tajani. "Total Reflection X-Ray Fluorescence Analysis Under Various Experimental Conditions" *X-ray Spectrum* 26, 203-210 (1997)
- [2] Mohd Marzuki b Mohd Yusof (1999). "Sistem optik Untuk TXRF" Universiti Teknologi Malaysia: Thesis Sarjana Muda.
- [3] Ng Sook Kien (2003). "Kajian Teori Analisis Fluorescence Sinar-X Pantulan Penuh" Universiti Teknologi Malaysia: Thesis Sarjana Muda.
- [4] Josephine Liew Ying Chyi (2000). "Pengujian Sistem Pantulan Penuh Sinar-X". Universiti Teknologi Malaysia: Thesis Sarjana Muda.
- [5] Mohd Erwan bin Misran (2001). "TXRF Penggunaan Pemantul Berlapis". Universiti Teknologi Malaysia: Thesis Sarjana Muda.
- [6] Klockenkamper, R. (1989). "Total Reflection X-ray Fluorescence Spectrometry; Principle and Application" *Spectrometry International*, Vol 2, No .2

Lampiran

1. Paper penulis semasa di Seibersdorf, Austria.
2. Kertas kerja cadangan projek

