

PEMBANGUNAN SEMULA DAN PENENTUAN KEBOLEHARAPAN SISTEM KAWALAN AUTOMASI ANALISIS SERENTAK URANIUM DAN TORIUM (PAUS)

Zainudin Bin Jaafar¹, Mohd Ashhar Khalid¹, Hilmi Sanusi², Mohd
Marzuki B. Mustafa², Abu Bakar Mhd Ghazali³

¹ Instrumentation Group, Technical Division, Malaysian Nuclear Agency (Nuklear Malaysia),
Kajang, Malaysia.

² Nuclear Science Programme, Faculty of Science and Technology, Universiti Kebangsaan
Malaysia (UKM), Bangi, Malaysia.

³ Centre for Nuclear Energy, College of Engineering, Universiti Tenaga Nasional (UNITEN),
Kajang, Malaysia.

ABSTRAK

Pelepasan sisa yang mengandungi unsur bahan radioaktif torium daripada kilang nadir bumi seperti Lynas Advanced Material Plant (LAMP) ke alam sekitar perlu dipantau dan di kawalselia sebagaimana tertakluk dibawah Akta 304 untuk memastikan persekitaran yang selamat. Teknik analisis pengaktifan neutron (NAA) dan analisis pengaktifan neutron tertunda peralatan (IDNAA) digunakan bagi menentukan kandungan Uranium dan Torium secara kuantitatif. Teknik IDNAA mempunyai kelebihan berbanding NAA kerana memberikan keputusan yang cepat iaitu sekitar 30 minit. Peralatan IDNAA bagi menentukan unsur ^{235}U dan ^{232}Th dinamakan Peralatan Analisa Uranium Segera (PAUS) dan telah beroperasi di ANM sehingga tahun 1995. Perisian, perkakasan dan peralatan PAUS mengalami kerosakan teruk dan usang berbanding teknologi semasa. Oleh itu, peralatan PAUS di ANM perlu dibaikpulih. Objektif kajian adalah untuk membangunkan semula teknik IDNAA dengan kejituan analisis yang baik melalui pemantauan automasi analisis dan kajian keboleharapan. Langkah bagi mencapai objektif melalui pembangunan semula peralatan PAUS dengan tiga bahagian utama; (1) kawalan pengendalian pengaktifan sampel menggunakan modul kawalan berasaskan komputer dan kad pengesanan sampel (2) peralatan elektronik pembilangan neutron menggunakan pembilang Canberra dan pengesan neutron berisi gas helium (3) Aturcara kawalan antaramuka sistem automasi, pemerolehan dan penyimpanan data menggunakan perisian LabVIEWTM. Parameter utama yang menentukan kejituan teknik IDNAA adalah masa penyinaran dan masa pembilangan neutron tertunda. Kaedah IDNAA terdahulu telah mengira masa penyinaran termasuk masa pemindahan sampel dari bahagian atas paip penyinaran ke kedudukan penyinaran dalam teras reaktor adalah berketentuan (deterministic). Kajian ini mengambil kira masa pemindahan sampel tersebut sebagai masa jatuhnya bersama masa penyinaran dan mempertimbangkan bahawa masa penyinaran optimum tidak berlaku. Dimensi pembinaan satu model terminus penyinaran yang setara dengan terminus penyinaran sebenar telah siap dan digunakan untuk kajian parameter masa kejatuhan sampel dan dinamakan

ketidakpastian masa penyinaran. (KMP). Kajian parameter KMP pada sistem PAUS yang dinaiktaraf dilakukan secara statistik. Kajian keboleharapan termasuk kesan KMP terhadap analisis IDNAA dan penentuan masa penyinaran optima untuk pembilangan neutron tertunda yang optima. Ralat relatif keputusan analisis bahan rujukan piawai sistem PAUS yang direkabentuk semula dijadikan petunjuk kejituan analisa. Bahan rujukan piawai (SRM) IAEA-S14 mengandungi ^{235}U dan ^{232}Th dengan kuantiti yang diketahui digunakan bagi menilai kejituan analisis peralatan PAUS. Ujian simulasi automasi PAUS mendapati parameter pemindahan sampel dari pemasuk ke teras reaktor adalah 3251 ± 210 ms dan dari teras reaktor ke kebok pembilangan adalah 3264 ± 407 ms. Parameter KMP IDNAA adalah berdasarkan kajian masa kejatuhan sampel dalam model tiub penyinaran yang diperolehi dengan kaedah statistik adalah 401 ms. Keputusan analisis menggunakan KMP 0.0 s, bahan IAEA S14 didapati purata ^{235}U , ialah 18.28 b.p.j (bahagian per juta) dan ^{232}Th , ialah 439.55 b.p.j. Ini memberikan ralat relatif analisis ialah 5.3 peratus untuk ^{235}U dan 5.8 peratus untuk ^{232}Th . Bagi KMP bundar kepada 1.0 s atau 2.5 peratus dari 40.0 s didapati purata ^{235}U adalah 31.5 b.p.j dan ^{232}Th adalah 100.8 b.p.j. Ini memberikan 7.8 peratus ralat relatif bagi ^{235}U dan 83.4 peratus bagi ^{232}Th . Kajian menunjukkan terdapat kaitan KMP dan kejituan keputusan analisis.

ABSTRACT

Thorium content in the plant residue from rare earth processing plant such as Lynas Advanced Material Plant (LAMP) need to be monitored and supervised so no negative impact will occur toward human and environment. Neutron activation analysis (NAA) and Instrumental delayed neutron activation analysis technique (IDNAA) were used to determine quantitatively the content of Uranium (^{235}U) and Thorium (^{232}Th). The IDNAA technique has advantages over NAA technique as it gives a quick result which is about 30 minutes. IDNAA equipment for determining the ^{235}U and ^{232}Th element is called Fast Uranium Analysis Equipment (PAUS) and has been operating in Malaysian Nuclear Agency since 1995. However the software and hardware of PAUS had undergone a major damage and also outdated compare to the current technology. Hence PAUS is needed to be repair or refurbish. The objective of this study is to rebuild PAUS facility with reasonable analysis accuracy from known sample analysis. It achieved through redesigning and developing the automation control system, replacing the obsolete components and software and reliability study. The development of system automation is divided into three parts; (1) Activation handling control samples by using a computer based control module and sample sensor card; (2) Neutron counting electronics equipment from Canberra and helium filled neutron detector; (3) Data acquisition and analysis program using LabView. The primary parameter to determine the accuracy of IDNAA technique is irradiation time and counting time of delayed neutron. Previous method of IDNAA had calculated the counting time including the time for sample to transfer from the top of irradiation pipe to the irradiation position inside the reactor core. This counting time is deterministic. This study had counted the time to transfer the sample as dropping time and considered that optimum irradiation did not happen. Dimensional construction a model of irradiation terminus that

equivalent to the actual irradiation terminus is completed and used for sample dropping time study and was named as the irradiating time uncertainty (KMP). A statistical study of KMP parameters was done to a new PAUS system. Reliability study also included KMP effect toward IDNAA analysis and optimum irradiation time for optimum delayed neutron count. Standard reference materials analysis result relative error of the redesign PAUS system is used as a reference for accuracy analysis. PAUS system assessment is done using quantitative analysis of Uranium and Thorium radionuclide using Standard Reference Material (SRM) IAEA-S14. Through out the experiments, samples transfer parameter from loader to the reactor core is 3251 ± 210 ms (millisecond) and from the core to the counting chamber is 3264 ± 407 ms. IDNAA irradiation time uncertainty is based on sample fall time by statistically and found to be 401ms. Analysis based on floored value KMP 0.0 s ^{235}U average is 18.28 p.p.m (parts per million) for ^{235}Th is 439.55 p.p.m and analysis relative error results is 5.3 percent for ^{235}U and 5.8 percent for ^{235}Th . Analysis results based on floored value KMP 1 s ^{235}U average is 31.5 p.p.m and 100.8 p.p.m for ^{235}Th . This leads to 7.8 per cent relative error for ^{235}U and 83.4 per cent for ^{235}Th . The study indicated that KMP affect on the analysis accuracy.

Katakunci : IDNAA, Thorium, pneumatik, Uranium, reaktor TRIGA

PENGENALAN

Analisis Pengaktifan Neutron Tertunda Peralatan (Instrumental Delayed Neutron Activation Analysis, IDNAA), adalah teknik khas dalam ujian NAA. Teknik ini mampu menganalisis secara kuantitatif unsur yang mempunyai berat atom yang besar dalam susunan jadual berkala dimana mempunyai sifat mudah belah, seperti Uranium-235 dan Thorium 232. dilakukan di Agensi Nuklear Malaysia . Walaupun Thorium merupakan sumber tenaga diperbaharui yang akan menjadi sumber bahanapi janakasa nuklear pada masa depan, tetapi pengesanan unsur ini dalam sisa dari loji pemprosesan bahan nadir bumi seperti LAMP lebih menarik perhatian ramai. Persamaan kinetik bagi proses analisis ialah seperti persamaan 1(Binney and Scherpelz, 1978).

$$C_T = \frac{\varepsilon m \nu N_A \sigma \phi}{A} \sum_{i=1}^6 \left(\frac{\beta_i}{\lambda_i} \right) [(1 - e^{-\lambda_i t_1})(e^{-\lambda_i t_2})(1 - e^{-\lambda_i t_3})] \quad (1)$$

dimana

C_T bilangan atom neutron terunda,

ε , kecekapan pengesan,

m , berat jisim,

t_1 masa penyinaran,

t_2 masa penundaan,

- t_s , masa pembilangan,
 ν jumlah purata neutron bagi setiap pembelahan,
 N_A nombor *Avogadr*,
 σ keratan rentas proses pembelahan,
 Φ fluks neutron,
 A nombor jisim,
 β_i pecahan neutron terlengah dari punca I,
 λ_i Angkatap susutan punca i .

Persamaan (2) dan (3) berikut menghasilkan keputusan analisis kualiti bahan mudah belah radionuklid ^{235}U dan ^{232}Th dalam bahagian per juta (ppm). (Ramli Mohamad. *et al.*, 1987). Parameter utama yang berkait dengan automasi menentukan kejituan bacaan adalah masa pengaktifkan sampel dengan zarah neutron dalam teras reaktor dan masa pembilangan neutron tertunda.

$$m_u = \frac{R_4 C_c - R_2 C_N}{R_1 R_4 - R_2 R_3} \quad (2)$$

dan

$$m_T = \frac{R_1 C_N - R_3 C_c}{R_1 R_4 - R_2 R_3} \quad (3)$$

Bahan-bahan piawai yang sesuai digunakan untuk mendapatkan faktor-faktor tentukan R_1 , pembilangan neutron U (Cd)/ μg , R_2 , pembilangan neutron Th (Cd)/ μg , R_3 , pembilangan neutron U (N)/ μg dan R_4 , pembilangan neutron Th (N)/ μg . ialah seperti IAEA-S17 bahan-bahan yang mengandungi uranium dan ThO₂ yang mengandungi Th. Dengan teknik ini kandungan uranium dan thorium yang bercampur didalam sesuatu sampel dapat diketahui. Automasi teknik IDNAA yang dibincangkan dalam kajian ini tertumpu pada pembangunan automasi peralatan dan ujian keboleharapan peralatan yang dibangun semula ini. Kerja yang terlibat ialah pembaikan perkakasan dan pembangunan perisian meliputi bahagian penghantaran sampel, bahagian pembilang-nuklear dan bahagian pemerolehan dan pemerosesan data. Had keupayaan bahagian pembilang neutron dalam kajian ini ialah 4 unit pengesanan neutron berbanding 6 pengesanan PAUS terdahulu. Peralatan dan teknik ini sesuai dan keputusan kajian secara statistik dapat menyatakan prestasi keseluruhan peralatan, keupayaan pengesanan minima, dan paras ketepatan.

PERALATAN KAJIAN DAN KAEDAH

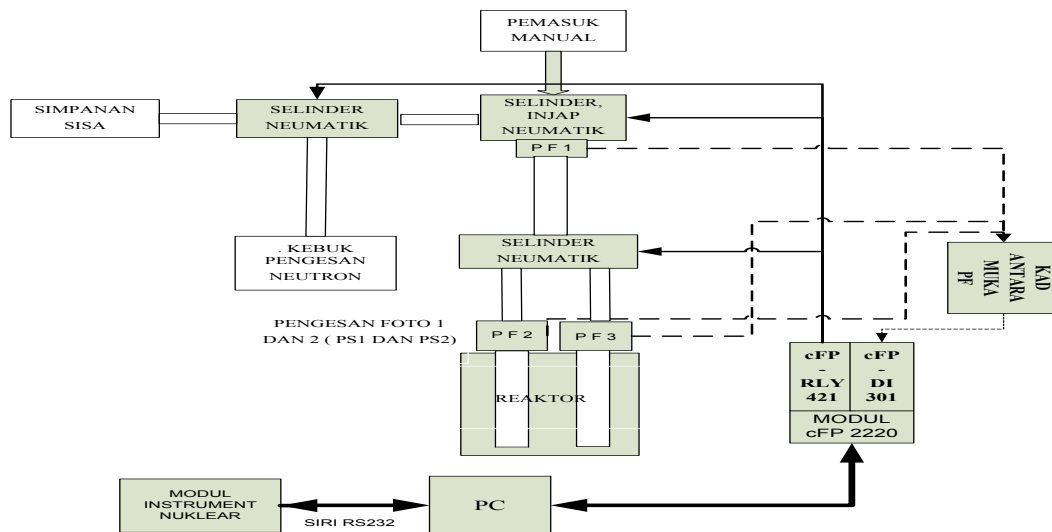
Pelantar Kawalan Pengautomatan

Pelantar kawalan pengautomatan. dan pengumpulan data sistem PAUS menggunakan teknologi berasaskan PC, dimana perkakasan antaramuka menggunakan PAC, cFP 2220 yang mengandungi modular pengatur isyarat masukan/keluaran (i/o) masukan digit DI 301, keluaran Digit DO 302, pengatur ganti RLY 421 dan papan penyambungan CB 301, kad antaramuka suis pengesanan sampel berasaskan pengesanan foto, komunikasi bus perhubungan '*Metalbackplane*' dan pemerolehan data

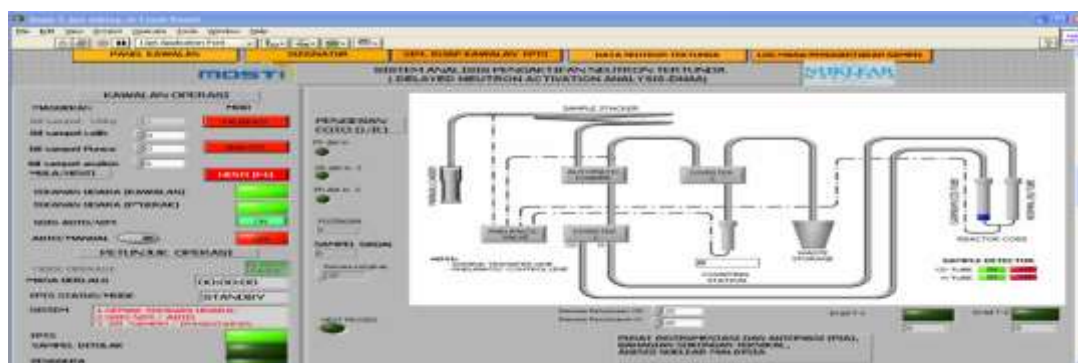
menggunakan komunikasi bersiri antara pembilang digital dan komputer peribadi dengan susunatur seperti Rajah 1. Perkakasan elektronik pembilang nuklear mengandungi 4 pengesan He-3, dengan tekanan 61.5 psia dan kepekaan 38 cps/nv, Pra-penguat *Ortec* 142 pc, Penguat *Ortec* 550A, Modul Penganalisa Satu Saluran *Canberra* 570, Pembilang pemasa duaan *512 Canberra* Modul voltan tinggi-3002D *Canberra*, Modul Peralatan Nuklear *Ortec* 4001A (NIM Bin). Model paip penyinaran dibina mengikut tinggi sebenar terminus penyinaran dimana tinggi model ialah 18 kaki 7 inci. Bahan bagi model paip penyinaran paip upvc dengan garispusat dalam (ID) ialah 23.2 mm. Proses automasi utama dalam teknik ini ialah kawalan proses pengaktifan sampel dengan zarah neutron dalam teras reaktor dan pembilangan neutron tertunda hasil pereputan sampel dalam kebok pembilangan.

Kawalan Buka/Tutup (On/Off)

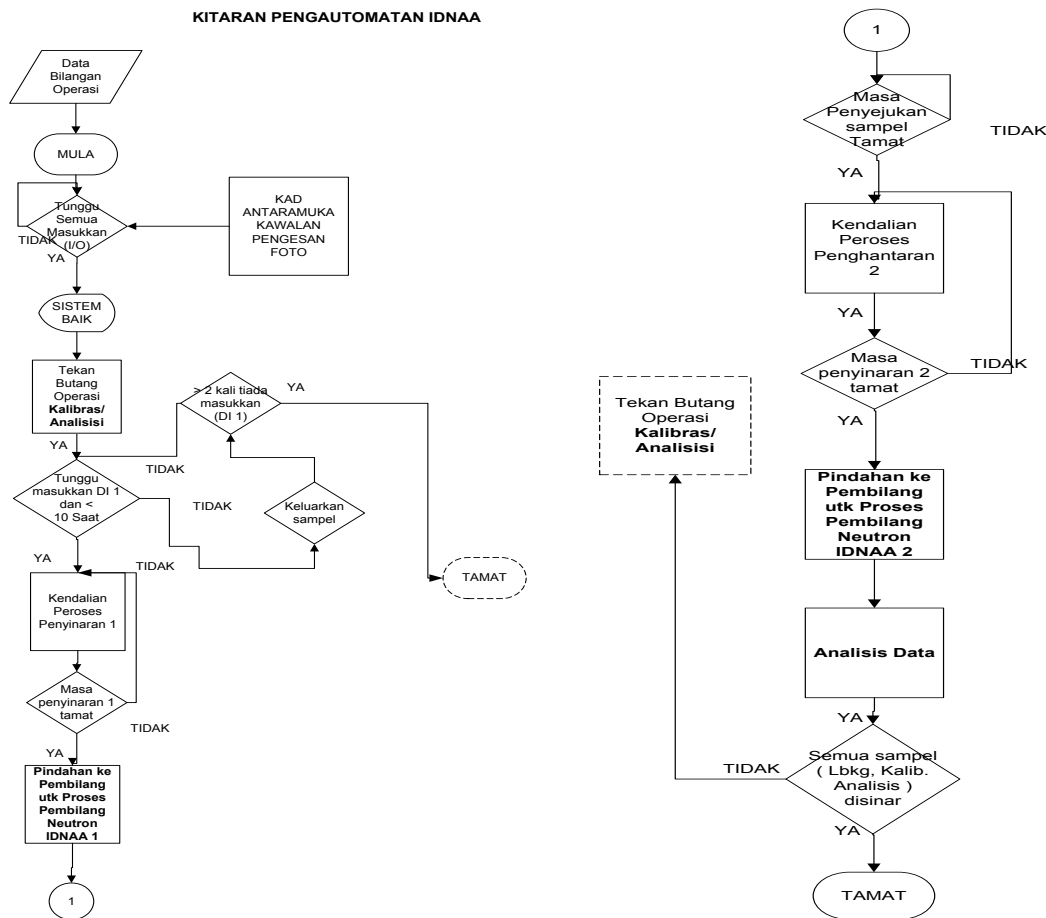
Pembangunan aturcara kawalan automasi menggunakan grafik aliran isyarat perisian LabVIEW™ Kawalan dan pemantauan penggerak dilakukan menggunakan PC melalui panel kawalan maya yang terdiri dari 1 panel kawalan utama sebagai antaramuka dengan pengguna (HMI) seperti Rajah 2. Operasi kawalan proses dilakukan secara jujukan bagi melengkapkan sesuatu analisis yang diperlukan. Kawalan operasi jujukan penggerak memerlukan isyarat masukan dari pemasa dan isyarat masukan dari kad suis berasaskan pengesan foto. Panel kawalan utama mempunyai beberapa sub-panel memaparkan aktiviti automasi dan data pengukuran parameter tertentu sistem PAUS. Panel paparan menunjukkan susunatur proses, simulasi atau paparan penunjuk operasi mula/henti penggerak seperti Rajah 2, paparan rekod data neutron tertunda dan rekod data masa penghantaran 'rabbit' dan carta alir ringkas proses automasi dilihat seperti Rajah 3.



Rajah 1. Rajah Blok Bahagian Pengautomatan PAUS bagi teknik analisis IDNAA



Rajah 2. Panel kawalan maya bagi kawalan dan pemantauan kemudahan PAUS



Rajah 3. Carta alir proses automasi

Kajian Keboleharapan

Ujian kualiti dilakukan terhadap perkakas elektronik nuklear yang digunakan dalam kajian ini untuk menentukan samada ia sesuai digunakan atau tidak. Kajian keboleharapan meliputi 3 komponen iaitu, (1). Operasi pengautomatan penghantaran pneumatik bahagian pindahan sampel dengan kaedah statistik. (2). Anggaran parameter ketakpastian masa penyinaran dalam paip penyinaran dt_1 . (3). Perbandingan analisis untuk penilaian sistem PAUS dengan ketakpastian masa penyinaran yang didapati dari kajian ini secara kaedah statistik dan masa penyinaran yang digunakan terdahulu. Laluan pindahan sampel proses analisis terdiri dari 2 paip penyinaran dan sampel mengalami 2 pusingan penyinaran di tiub penyinaran berbeza iaitu alumunium disalut kadmium dan alumunium sahaja. Empat parameter pindahan dijadikan sebagai asas ciri pindahan pneumatik. (1). Masa pindahan sampel dengan parameter masa t_{p5} dari pemasuk auto iaitu selinder injap pneumatik ke paip penyinaran kadmium iaitu penyinaran pertama. (2). Masa sampel keluar dari terminus penyinaran kadmium ke kebok pembilangan, t_{p6} . (3). Masa pindahan t_{p7} dari pemasuk auto iaitu selinder injap pneumatik ke paip penyinaran normal bagi proses penyinaran kedua. (4). Masa sampel keluar dari terminus penyinaran normal ke kebok pembilangan t_{p8} . Pembolehubah yang terlibat dalam kajian (1-4) ialah tekanan udara mampat ± 2.0 bar, dan berat sampel tiruan $\pm 1g$.

Keboleharapan pengautomatan pindahan seperti masa pindahan, kestabilan dan had pindahan dan paras keyakinan (*confident level*) pengautomasian bagi kerja-kerja kawalan kualiti dimasa hadapan.

Ketidakpastian parameter masa penyinaran disebabkan kesan pneumatik keatas sampel ketika sampel berada pada jarak 18 kaki 7 inci dari teras reaktor didalam terminus penyinaran. Kajian ini membahagi masa pergerakan sampel dalam terminus kepada 3, masa jatuhnya dt_1 , masa penyinaran t_{irrad} , masa tolakan keatas t_{p3} . Masa jatuhnya sampel dt_1 bagi jarak 18 kaki 7 inci diatas adalah tidak direkodkan dalam pengendalian terdahulu. Dalam kajian ini sampel dianggap masih diluar teras dan masa penyinaran ($t_{1(\text{peny.})}$), analisis ketidakpastian kajian ini bersamaan dengan masa penyinaran (t_{irrad}) kajian terdahulu ditambah dengan masa jatuhnya dalam paip penyinaran dt_1 seperti persamaan 2.

$$t_{1(\text{peny.})} = dt_1 + t_{\text{irrad}} \quad (2)$$

Pengukuran anggaran ketidakpastian masa penyinaran dt_1 diperolehi secara kaedah statistik seperti persediaan (*setup*) dalam Rajah 4 (A) dan (B). Paip penyinaran digantikan dengan model dan menggunakan 2 unit pengesan foto untuk mengesan sampel dan perisian yang dibangunkan merekod masa diambil.

Kajian Ketepatan Analisis

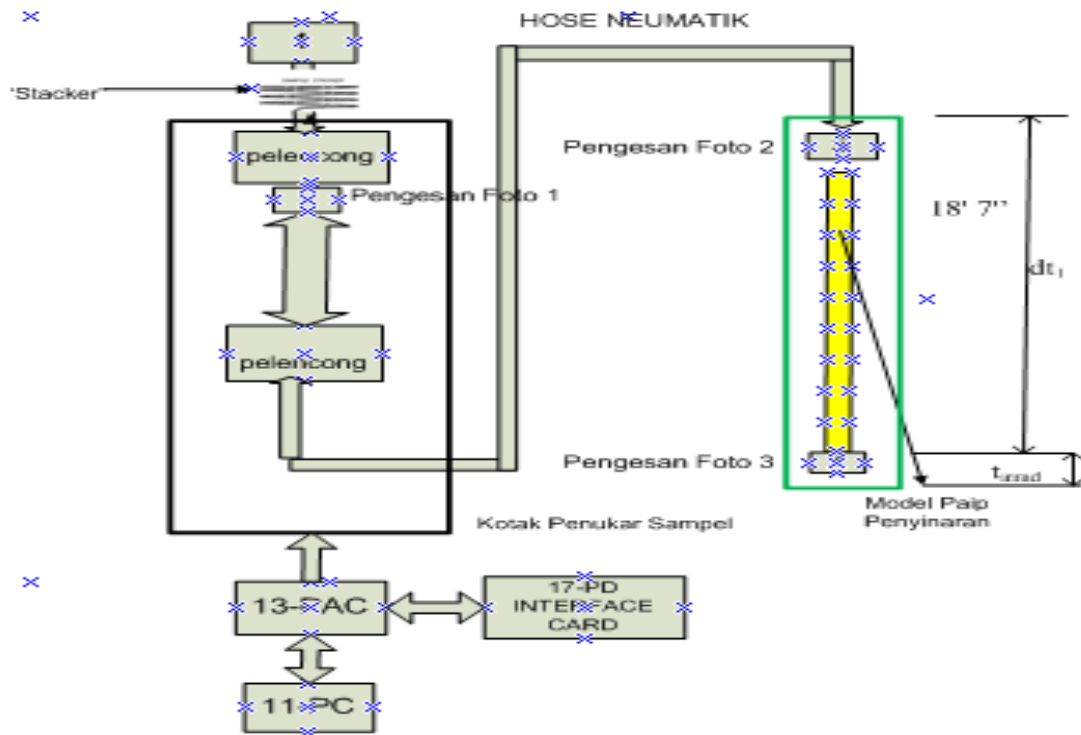
Prosedur analisis pengaktifan neutron tertunda terdahulu digunapakai dimana masa penyinaran 40 saat, penyejukan 20 saat dan pembilangan 40 saat. Sela masa bagi pengiraan masa yang digunakan dalam aturcara terhad kepada 1 s maka parameter ketidakpastian dt_1 dibundarkan ke bundar nilai bawah 1s. Dengan analisis penilaian automasi yang dibangunkan semula mengambil ketidakpastian masa penyinaran 0.0 s maka masa penyinaran penyelidikan ini menjadi 40, pembilangan 40 saat seperti kaedah analisis asal. Analisa dengan ketidakpastian masa penyinaran dt_1 1.0 s maka masa masa penyinaran penyelidikan ini menjadi 41 saat dan masa pembilangan 41 saat.

Analisis kalibrasi sistem PAUS bagi memastikan pembilangan neutron yang lurus menggunakan sampel kalibrasi. Bahan kalibrasi analisis IDNAA ialah bahan piawai rujukan (*Standard Reference Material-SRM*) yang diketahui nilai kepekatanannya iaitu sampel IAEA-S17, yang mengandungi bahan U, sampel ThO₂ mengandungi bahan Th dan CaCo₃. Analisis kalibrasi menggunakan Bahan CaCo₃ 5 unit dengan berat 0.5 g setiap satu bagi pengukuran latarbelakang paip penyinaran kadmium, B_c dan pengukuran latarbelakang paip penyinaran Normal B_n. Sampel IAEA-S17 5 unit dengan berat diantara 0.0325g hingga 0.402 g, ThO₂ 5 unit dengan berat diantara 0.0014g hingga 0.0213g. Akhir sekali bahan IAEA-S14 10 unit dengan berat kira-kira 0.1g. Keputusan analisis kalirasi menghasilkan faktor pembilangan neutron permikrogram radionuklid ²³⁵U dan ²³²Th, R₁, R₂, R₃, dan R₄. Bagi penilaian keboleharapan automasi yang dibangunkan analisis dilakukan dengan penentuan kepekatan bahan mudah belah sampel IAEA-S14 yang mengandungi campuran bahan mudah belah radionuklid ²³⁵U dan ²³²Th.

KEPUTUSAN

Ujian Kualiti Perkakasan Elektronik Nuklear

Ujian voltan operasi (*plateu*) pengesan gas HE-3 menggunakan bahan radioaktif ²⁵²Cf dimakmal sebagai punca neutron. Data pembilangan dari kerja penentuan voltan operasi menggunakan antaramuka pengguna sebagai aturcara alternatif yang dibangunkan bagi memastikan pemerolehan dan penyimpanan data secara auto dimana dimana 1300 V adalah sebagai voltan operasi. Kabel selari menghubungkan 4 pengesan neutron dan prapenguat dibangunkan dan pengukuran amplitud isyarat hingar kabel selari dan sambungan kabel yang digunakan di keluaran penguat ialah purata 517mV puncak ke puncak.



(A)



(B)

Rajah 4. (A) Skematik kajian dt_1 kaedah statistik (B) model kajian masa pergerakan sampel dt_1 dalam paip penyinaran

Kajian keboleharapan

Data ujian statistik pindahan pneumatik sampel dianalisa menggunakan kaedah analisa statistik pencocokan lengkok Gauss perisian OriginLab™ dan keputusan seperti Jadual 1. Penilaian keatas automasi pindahan pneumatik bagi parameter pembolehkan sambutan, masa pindahan (PSMP) t_{p5} ,

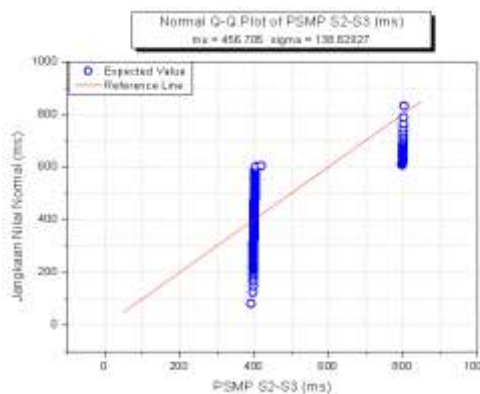
pindahan sampel ketiub penyinaran kadmium teras reaktor, ialah 3251 ± 210 ms, t_{p6} , pindahan dari tiub penyinaran kadmium ke kebok pembilangan, 3265 ± 102 ms, t_{p7} , pindahan sampel ketiub penyinaran Normal teras reaktor, 3203 ± 407 ms, t_{p8} , pindahan dari tiub penyinaran Normal ke kebok pembilangan, 4078 ± 407 ms. Analisis data statistik mendapati data tidak signifikan dari taburan normal dan menggunakan pencocokan lengkung Gauss maka min diperolehi dengan ralat pencocokan ialah 2.3 peratus seperti Jadual 2. Keputusan menunjukkan masa jatuhnya d_{t1} dari hujung atas model paip penyinaran ke paras setara teras reaktor ialah pada nilai 0.401 ± 407 s. Rajah 5 beri gambaran kaitan Q-Q dengan PSMP.

Jadual 1. Jadual ujian padanan model Gauss PSMP bahagian BPNL

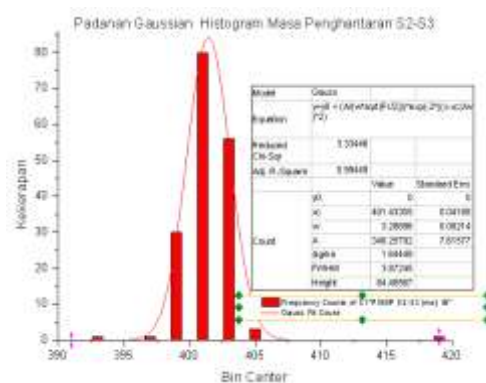
Parameter PSMP	Parameter PL Gauss pada paras keyakinan 95%	Ralat PL (%)	Sigma	Rendah Xc-Sigma (ms)	Titik tengah Xc (ms)	Atas Xc+Sigma (ms)
t_{p5} (S1-S2)	1. x^2 , 10.8, R^2 1.0	5.0	210	3119	3251	3539
t_{p6} (S2-S1)	1. x^2 , 8.2, R^2 1.0	5.4	102	3163	3265	3363
t_{p7} (S1-S3)	1. x^2 , 2.75, R^2 1.0	5.9	407	2796	3203	3610
t_{p5} (S3-S1).	1. x^2 , 2.75, R^2 0.9	11	407	3264	3671	4078

Jadual 2. Jadual parameter pencocokan lengkung model gauss PSMP BPNL menggunakan model paip penyinaran

	Parameter PL Gauss (keyakinan 95%)	Ralat Pencocokan (%)	Sigma (ms)	Rendah (Xc-Sigma)(ms)	Titik tengah Xc (ms)	Atas (Xc+Sigma) (ms)
d_{t1} (S2-S3)	x^2 , 3.3 R^2 , 1.0	2.43	1.6	399	401	404



(a)

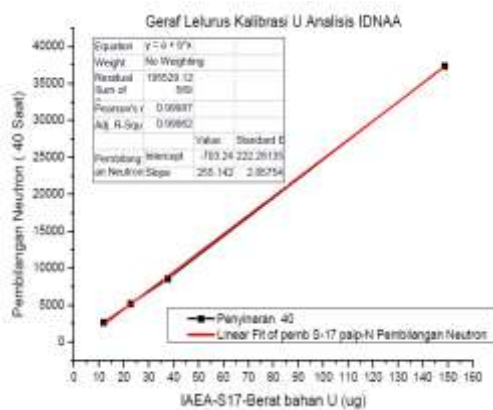


(b)

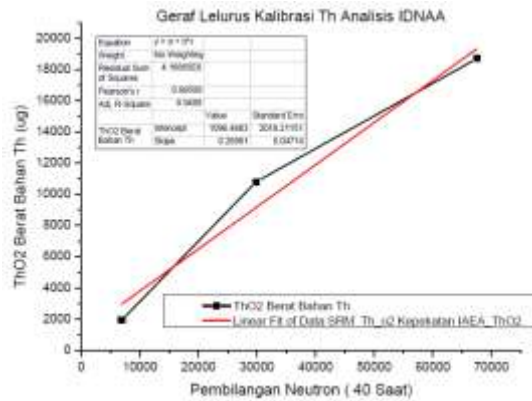
Rajah 5. (a) Ujian Plot Q-Q Normal data PSMP S2-S3 dan (b) Pencocokan Lengkung Gauss Histogram PSMP S2-S3

Kajian Ketepatan Analisis

Ciri lurus kalibrasi sistem PAUS bagi bahan uranium dengan ketepatan masa penyinaran 0 s maka masa penyinaran dan pembilangan ialah 40 saat, diplot berdasarkan nilai pembilangan neutron tertunda pada terminus penyinaran “Normal”(N) terhadap nilai kuantiti berat bahan (μg) Uranium seperti Rajah 6A. Dengan membuat pencocokan lurus keatas graf didapati peratus ralat ialah 1.12. Purata nilai faktor tentukan uranium dalam tiub Cd, R1 dan faktor tentukan uranium dalam tiub biasa, R3, ialah masing-masing 13.45 dan 229.49 pembilangan neutron/ μg . Ciri lurus kalibrasi sistem PAUS bagi bahan torium diplot berdasarkan nilai berat bahan (μg) torium terhadap nilai pembilangan neutron tertunda pada terminus penyinaran “Cadmium” (Cd) seperti Rajah 6B. Dengan membuat pencocokan lurus keatas graf didapati peratus ralat ialah 18.5. Nilai purata faktor tentukan torium dalam tiub Cd, R2 dan faktor tentukan torium dalam tiub biasa, R4 ialah masing-masing 3.35 dan 5.59 pembilangan neutron/ μg . Rajah 6 paparkan hasil kalibrasi untuk masa ketepatan penyinaran 41 saat.



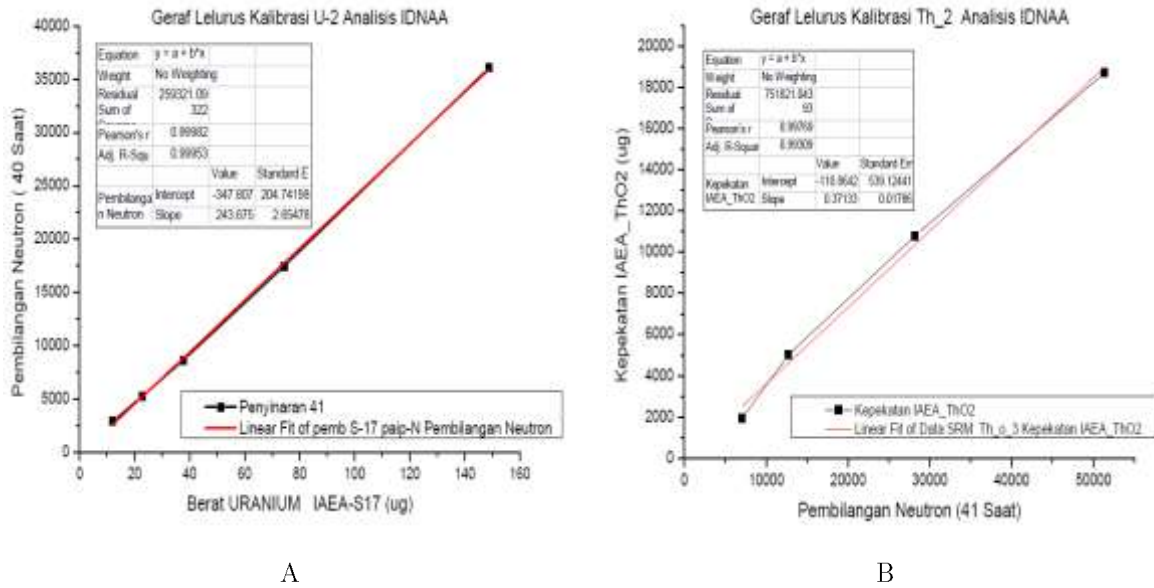
A



B

Rajah 6. Graf lurus faktor kalibrasi (A) Uranium (B) analisis IDNAA dengan masa ketepatan penyinaran 0 saat

Ciri lurus kalibrasi sistem PAUS bagi bahan uranium dengan ketepatan masa penyinaran 1 s maka masa penyinaran dan pembilangan ialah 41 saat diplot berdasarkan nilai pembilangan neutron tertunda pada terminus penyinaran “Normal”(N) terhadap nilai kuantiti berat bahan (μg) Uranium seperti Rajah 7(A). Dengan membuat pencocokan lurus keatas graf didapati peratus ralat ialah 1.08. Purata nilai faktor tentukan uranium 41 saat dalam tiub Cd, R1-41 dan faktor tentukan uranium dalam tiub biasa, R3-41, ialah masing-masing 14.66 dan 231.10 pembilangan neutron/ μg . Ciri lurus kalibrasi sistem PAUS bagi bahan torium diplot berdasarkan nilai berat bahan (μg) torium terhadap nilai pembilangan neutron tertunda pada terminus penyinaran “Cadmium” (Cd) seperti Rajah 7(B). Dengan membuat pencocokan lurus keatas graf didapati peratus ralat ialah 4.6 peratus. Nilai purata faktor tentukan torium dalam tiub Cd, R2-41 dan faktor tentukan torium dalam tiub biasa, R4-41, ialah masing-masing 5.61 dan 3.67 pembilangan neutron/ μg .



Rajah 7. Graf lurus faktor kalibrasi (A) Uranium (B) analisis IDNAA dengan masa ketakpastian penyinaran 41 saat

Analisis Bahan Rujukan Piawai (SRM)

Pengiraan dari data mendapati jumlah kepekatan bahan uranium dalam sampel IAEA S14A dan IAEA 14B secara purata ialah masing-masing 440.6 $\mu\text{g/g}$ dan 17.7 $\mu\text{g/g}$ dan 423.9 $\mu\text{g/g}$ dan 21.0 seperti Jadual 3 dan Jadual 4.

Jadual 3. Keputusan kiraan kepekatan Th dan U 5 unit sampel bahan piawai IAEA S14A masa penyinaran dan pembilangan 40 saat analisis IDNAA

Sampel	Berat (g)	Jum. Pengiraan		Kiraan Kep.	
		$\mu\text{g Th}$	$\mu\text{g U}$	$\mu\text{g/g Th}$	$\mu\text{g/g U}$
IAEA-S14 1A	0.1013	24.0	2.4	237.2	23.3
IAEA-S14 2A	0.1012	45.7	1.7	454.8	16.8
IAEA-S14 3A	0.1010	46.9	1.9	461.9	18.4
IAEA-S14 4A	0.1005	51.3	1.7	508.1	17.1
IAEA-S14 5A	0.1015	51.4	1.3	541.2	13.0
				440.6	17.7

Jadual 4. Keputusan kiraan kepekatan Th dan U 5 unit bahan piawai IAEA S14B masa penyinaran dan pembilangan 40 saat analisis IDNAA

Sampel	Berat (g)	Jum. Pengiraan		Kiraan Kepekatan.	
		$\mu\text{g Th}$	$\mu\text{g U}$	$\mu\text{g/g Th}$	$\mu\text{g/g U}$
IAEA-S14 1B	0.1012	18.7	2.6	185.2	25.9
IAEA-S14 2B	0.1022	49.6	1.9	489.3	18.3
IAEA-S14 3B	0.1012	41.5	2.0	408.2	19.8
IAEA-S14 4B	0.1013	46.4	1.9	458.3	18.8
IAEA-S14 5B	0.1017	34.4	2.3	339.8	22.4
				423.9	21.0

Ujian Chi-square dilakukan keatas data yang diperolehi dari bahagian pembilang nuklear analisis IDNAA seperti *Jadual 5*. Keputusan ujian Chi-Square ialah 11.12 iaitu nilai yang berada dalam julat yang disyorkan oleh IAEA (IAEA, 2008).

Jadual 5. Data pembilangan neutron bahan piawai IAEA S14 masa penyinaran 40 saat analisis IDNAA

23/05/13	Voltan Bias V)	pemb. 1	pemb. 2	pemb. 3	pemb. 4	pemb. 5
IAEA-S14	1300	127	148	145	159	156
IAEA-S14	1300	146	131	140	116	139

Pengiraan mendapati jumlah kepekatan bahan torium dan uranium dalam sampel 1AEA S14A dan IAEA 14B secara purata ialah masing-masing 91.6ug/g dan 36.3ug/g dan 85.9ug/g dan 36.0ug/g seperti Jadual 6 dan Jadual 7.

Jadual 6. Keputusan Kiraan Kepekatan Th dan U 5 bahan piawai IAEA S14A masa penyinaran 41 saat analisis IDNAA

Sampel	Berat (g)	Jum. Pengiraan		Kiraan Kep.	
		µg Th	µg U	µg /g Th	µg /g U
IAEA-S14 3A	0.1010	12.4	3.3	122.4	32.6
IAEA-S14 4A	0.1005	7.1	4.0	70.0	40.3
IAEA-S14 5A	0.1015	8.3	3.7	82.4	36.0
				91.6	36.3

Jadual 7. Keputusan Kiraan Kepekatan Th dan U 5 bahan piawai IAEA S14B masa penyinaran 41 saat analisis IDNAA

Sampel	Berat (g)	Jum. Pengiraan		Kiraan Kepekatan	
		µg Th	µg U	µg /g Th	µg /g U
IAEA-S14 1B	0.1	3.8	3.7	37.6	37.3
IAEA-S14 4B	0.1013	10.6	3.5	104.4	34.3
IAEA-S14 5B	0.1017	11.7	3.7	115.7	36.4
				85.9	36.0

KESIMPULAN

Keputusan keseluruhan analisis bahan piawai IAEA S14 dengan ketidakpastian masa penyinaran 0s menunjukkan bahawa analisis IDNAA mencapai keputusan analisis U dan Th menghampiri nilai kepekatan teraku sampel pada nisbah 67 peratus dan 94 peratus masing masing. Keputusan keseluruhan analisis bahan piawai IAEA S14 dengan ketidakpastian masa penyinaran 1s, menunjukkan bahawa

analisis IDNAA menghasilkan keputusan analisis U dan Th berbanding kepekatan teraku sampel berkenaan pada 125.86 peratus dan 19.29 peratus masing masing. Manakala kiraan mendapati berat pengesanan minimum bagi U dan Th ialah masing-masing 0.33 μg dan 6.09 μg .

Ini memberikan ralat relatif analisis ialah 5.3 peratus untuk ^{235}U dan 5.8 peratus untuk ^{232}Th . Bagi KMP bundar kepada 1.0 s atau 2.5 peratus dari 40.0 s didapati purata ^{235}U adalah 31.5 b.p.j dan ^{232}Th adalah 100.8 b.p.j. Ini memberikan 7.8 peratus ralat relatif bagi ^{235}U dan 83.4 peratus bagi ^{232}Th . Kajian terhadap peralatan PAUS bagi teknik IDNAA menunjukkan ketidakpastian masa penyinaran sebanyak 2.5 peratus telah menyumbang kepada ralat relative ketepatan berbanding sampel teraku sehingga ± 8 peratus bagi Uranium-235 dan sehingga $\pm 83\%$ bagi Torium dengan keupayaan pengesanan menggunakan 4 pengesan neutron. Kajian menunjukkan terdapat kaitan KMP dan kejituan keputusan analisis.

PENGHARGAAN

Setinggi-tinggi terima kasih dan penghargaan kepada semua yang terlibat dalam pembangunan kad antaramuka ini dikalangan warga Agensi Nuklear Malaysia terutama Pengarah BST, dan Dr. Faridah Mohamad Idris.

RUJUKAN

- Binney, S. E. and R. I. Scherpelz (1978). "A review of the delayed fission neutron technique.", *Nuclear Instruments and Methods*, **154**(3): 413-431.
- Binney, S. E. and R. I. Scherpelz (1978). "A review of the delayed fission neutron technique.", *Nuclear Instruments and Methods*, **154**(3): 413-431.
- IAEA (2008). Quality Control Procedures Applied To Nuclear Instruments, IAEA-TECDOC-1599 Proceeding Of A Technical Meeting, IAEA. Vienna, IAEA. 1599.
- Ramli., A. G., H. Mohamad., *et al.* (1987). "Analisis Uranium Dan Thorium Melalui Teknik Analisis Neutron Tertunda.", *Journal Sains Nuklear Malaysia*, **5**(1): 15-28.