

EVALUASI PRESISI DAN AKURASI METODE ANALISIS AKTIVASI NEUTRON PADA ANALISIS CUPLIKAN LINGKUNGAN

Sri Wardani, Th. Rina M, Dyah L

ABSTRAK

EVALUASI PRESISI DAN AKURASI METODE ANALISIS aktivasi NEUTRON PADA ANALISIS CUPLIKAN LINGKUNGAN. Evaluasi presisi dan akurasi metode analisis aktivasi neutron (AAN) dan peralatannya yang digunakan di P2TRR dilakukan dengan menganalisis cuplikan standar acuan dari *National Institute of Environmental Study of Japan* [NIES-CRM No.10 (*rice flour*)] dan cuplikan standar acuan dari *National Bureau of Standard of USA* [NBS-SRM 1573a (*tomato leave*)] dengan metode AAN. Pada analisis bahan standar acuan secara kualitatif dapat ditentukan banyak unsur yang terkandungnya, antara lain: Br, Ca, Co, Cl, Cs, Gd, I, K, La, Mg, Mn, Na, Pa, Sb, Sm, Sr, Ta, Th dan Zn. (19 unsur) untuk SRM 1573a; Unsur-unsur As, Br, Cr, Cl, Ce, Co, Cs, Fe, Ga, Hg, K, Mn, Mg, Mo, Na, Ni, Pb, Rb, Sr, Se, Sc, Sb, Tl, dan Zn (25 unsur) untuk CRM No.10a; Unsur-unsur Ag, As, Br, Cr, Cl, Ce, Cd, Co, Cs, Eu, Fe, Ga, Hg, K, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Pb, Rb, Sb, Sc, Th, Tl, dan Zn (26 unsur) untuk CRM No.10b; Unsur-unsur As, Br, Co, Cl, Ce, Cd, Ga, Hg, K, Mn, Mg, Mo, Na, Nb, Pb, Rb, Sb, Se, Tl, dan Zn (20 unsur) untuk CRM No.10c. Pada analisis kuantitatif cuplikan standar acuan hanya dilakukan untuk beberapa unsur saja, yaitu: As, Co, Cd, Mo, Mn, Mg dan Zn. Dari hasil analisis apabila dibandingkan dengan sertifikat NIES atau NBS, terjadi penyimpangan nilai dengan deviasi 3 ~ 15%. Secara keseluruhan hasil analisis menunjukkan bahwa metode dan peralatan yang digunakan adalah cukup baik, akan tetapi masih perlu adanya pengembangan/penelitian yang lebih seksama untuk fasilitas iradiasi dan software spektrometer sinar-gamma

ABSTRACT

EVALUATION OF PRECISION AND ACCURACY OF NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS METHOD OF ENVIRONMENTAL SAMPLES ANALYSIS. Evaluation of precision and accuracy of Neutron Activation Analysis (NAA) method used by P2TRR performed by analyzed the standard reference samples from the *National Institute of Environmental Study of Japan* [NIES-CRM No.10 (*rice flour*)] and the *National Bureau of Standard of USA* [NBS-SRM 1573a (*tomato leave*)] by NAA method. In analyze the environmental SRM No.1573a and CRM No.10 by NAA method in qualitatively could identified multi elements of sample contents, namely: Br, Ca, Co, Cl, Cs, Gd, I, K, La, Mg, Mn, Na, Pa, Sb, Sm, Sr, Ta, Th and Zn (19 elements) for SRM 1573a; As, Br, Cr, Cl, Ce, Co, Cs, Fe, Ga, Hg, K, Mn, Mg, Mo, Na, Ni, Pb, Rb, Sr, Se, Sc, Sb, Tl, and Zn (25 elements) for CRM No.10a; Ag, As, Br, Cr, Cl, Ce, Cd, Co, Cs, Eu, Fe, Ga, Hg, K, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Pb, Rb, Sb, Sc, Th, Tl, and Zn (26 elements) for CRM No.10b; As, Br, Co, Cl, Ce, Cd, Ga, Hg, K, Mn, Mg, Mo, Na, Nb, Pb, Rb, Sb, Se, Tl, and Zn (20 elements) for CRM No.10c. In the quantitatively analysis could determined only some elements of sample contents, namely: As, Co, Cd, Mo, Mn, and Zn. From the results compared with NIES or NBS values attained with deviation of 3% ~ 15%. Overall, the results shown that the method and facilities have a good capability, but the irradiation facility and the software of spectrometry gamma-ray necessary to developing or seriously research perform.

PENDAHULUAN

Keandalan metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN) sebagai metode analisis teknologi tinggi, adalah mempunyai sensitivitas tinggi, akurasi dan presisi yang sangat baik. Aplikasi metode AAN telah banyak diterapkan di banyak negara di dunia sebagai metode analisis yang sangat andal untuk berbagai jenis cuplikan dari berbagai bidang ilmu pengetahuan dengan variasi berat cuplikan dalam orde mikrogram (μg) sampai dengan gram (gr). Di

P2TRR telah dikembangkan pula metode AAN sebagai salah satu metode analisis untuk berbagai cuplikan lingkungan.

Untuk mengetahui keandalan metode AAN dan peralatan yang dipergunakan di P2TRR, maka perlu dilakukan evaluasi presisi dan akurasi metode AAN dan peralatan dengan analisis cuplikan standar acuan lingkungan dari NIES (*National Institute for Environmental Study*) dan dari NBS (*National Bureau of Standards*). Cuplikan standar acuan yang dianalisis dalam penelitian ini

antara lain: CRM No.10 (*Rice flour*) dan SRM No.1573 (*Tomato leaves*).

METODOLOGI

Persiapan cuplikan standar acuan

Cuplikan standar acuan yang akan dianalisis ditimbang dengan variasi berat 300 ~ 650 mg, dibungkus dalam kantung polietilen rangkap yang di seal kedua sisinya. Kantung polietilen sebelum dipergunakan sebagai pembungkus cuplikan dicuci lebih dahulu dengan air murni, direndam dalam asam nitrat semalam, kemudian dibilas dengan air murni dan acetone, dan dikeringkan. Tujuan pencucian adalah untuk menghilangkan kotoran-kotoran yang menempel dalam polietilen dan menghindari terjadinya kontaminasi terhadap cuplikan. Cuplikan yang telah dibungkus dengan baik siap untuk diiradiasi pada posisi sistem *rabbit hidrolis*.

Persiapan unsur standar.

Untuk menghitung harga konsentrasi unsur-unsur yang terkandung dalam cuplikan standar acuan dilakukan dengan metode komparatif dengan unsur standar yang sesuai sebagai bahan kom-parator. Unsur-unsur standar yang akan dipergunakan sebagai komparator dibungkus dalam kantung polietilen bersih rangkap dan dengan kertas saring yang dimasukkan ke dalamnya sebagai medium larutan standarnya. Unsur-unsur standar ditimbang dalam order μl (10 ~ 50 μl).

Iradiasi cuplikan

Pada analisis kuantitatif ini cuplikan dan bahan standar diiradiasi secara bersama-sama dengan neutron termal di reaktor nuklir pada kondisi iradiasi yang sama. Pada penelitian ini dilakukan evaluasi presisi dan akurasi metode AAN dan peralatan untuk unsur-unsur umur paro panjang yang terkandung dalam cuplikan standar acuan tersertifikasi. Cuplikan standar acuan bersama-sama unsur standarnya diiradiasi dengan variasi waktu 1 ~ 5 jam di posisi *rabbit hidrolis*, dengan fluks neutron $3,5 \times 10^{13} \text{ n.cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$.

Analisis cuplikan

Setelah didinginkan untuk waktu yang sesuai selanjutnya cuplikan standar acuan dan unsur standar dianalisis dengan metode pengukuran spektrometri sinar- γ menggunakan detektor "High Purity Germanium (HPGe)". Waktu peluruhan yang diperlukan antara 6 ~ 20

hari, dan lamanya pencacahan antara 4000 ~ 6000 detik.

ANALISIS CUPLIKAN

Telah dilakukan evaluasi presisi dan akurasi dari metode yang diterapkan serta kalibrasi peralatan dengan melakukan analisis cuplikan standar acuan yang diperoleh dari suatu badan standar internasional, yaitu: bahan standar acuan SRM-NBS dari Amerika Serikat, dan CRM-NIES dari Jepang. Hasil analisis cuplikan acuan ini akan memberikan data akurasi dan presisi dari metode dan peralatan yang sesuai dengan sertifikat dengan presisi yang diperbolehkan 0%~ 15%. Presisi dan akurasi hasil yang diperoleh secara kuantitatif dari banyak unsur yang terkandung dalam cuplikan acuan tergantung pada keandalan metode, *software* dan jenis / spesifikasi peralatan pengukurannya. Peralatan pengukur yang biasanya di-pergunakan di P2TRR untuk aplikasi AAN adalah spektrometer sinar-gamma dengan menggunakan detektor HPGe (effisiensi 20%, FWHM 1,8 keV pada 1332 keV) yang digabungkan dengan MCA 8192 kanal.

HASIL DAN PEMBAHASAN.

Tabel 1 dan 2 adalah hasil analisis banyak unsur secara kualitatif dan kuantitatif dalam cuplikan CRM-NIES No.10 dan SRM-NBS 1573 yang telah di-lakukan di P2TRR-BATAN.

Tabel 1 menunjukkan hasil analisis kualitatif yang dikerjakan di P2TRR. Dari hasil analisis kualitatif ini terlihat bahwa metode AAN yang diterapkan di P2TRR untuk analisis cuplikan lingkungan *rice flour (CRM No.10)* cukup andal dan peralatan yang digunakan mempunyai sensitivitas tinggi, akan tetapi untuk analisis cuplikan lingkungan *tomato leave* hasil analisis yang diperoleh kurang memuaskan. Pada analisis cuplikan lingkungan *tomato leave*, beberapa unsur seperti: Cr, Fe, Ni, Cd, Zn, As, Ba, Sc Hg, Rb, Mo, Sc, Ag, Hf, U dan Ce sulit sekali dideteksi. Dari 3 kali eksperimen dengan variasi lama iradiasi 1 jam, 2 jam dan 5 jam, semua unsur tersebut di atas tidak dapat dianalisis. Akan tetapi untuk unsur Ca, Co, Mn, K, Br, Cs, Cl, La, Th dan Mg dapat dideteksi dengan baik. Sedangkan pada analisis cuplikan standar acuan CRM No.10, dari 3 kali eksperimen seperti tersebut sebelumnya, terdapat beberapa unsur tidak dapat dianalisis, antara lain:

- Pada CRM No.10b: unsur Ca, Ni, dan Sr tidak dapat terdeteksi. Akan tetapi untuk unsur Mg, Mn, Zn, Cl, Br, As, Co, dan Hg dapat

- dideteksi dengan baik. Sedangkan untuk unsur Fe, Mo, Cd, Cr, dan Se dapat dideteksi pada kondisi iradiasi 5 jam.
- b) Pada CRM No.10a: unsur Ca dan Cd tidak dapat terdeteksi. Untuk unsur Mg, Mn, Zn, Cl, Br, As, dan Co dapat dideteksi dengan baik. Sedangkan untuk unsur Fe, Mo, Ni, Na, Hg, dan Se dapat dideteksi dengan baik pada kondisi iradiasi 5 jam, untuk unsur Sr dan Cr pada kondisi iradiasi 2 jam.
- c) Pada CRM No.10c: unsur Ca, Fe, Ni, Sr, dan Cr tidak dapat terdeteksi. Sedangkan untuk unsur K, Zn, Cd, Br, As, dan Co dapat

terdeteksi dengan baik. Untuk unsur Mg, Mn, Cl, Se dan Hg dapat dideteksi pada kondisi iradiasi 5 jam, untuk Mo dan Rb pada kondisi iradiasi 2 jam.

Tabel 2 adalah hasil analisis kuantitatif unsur-unsur yang dilakukan di P2TRR. Dari hasil analisis kuantitatif untuk beberapa unsur yang diperoleh memberikan hasil analisis yang cukup baik dengan deviasi antara 3 ~ 15%. Masing-masing unsur mempunyai presisi dan akurasi yang berbeda disebabkan karena adanya perbedaan karakteristik dari masing-masing unsur tersebut

Tabel 1. Hasil analisis kualitatif di P2TRR cuplikan standar acuan dengan metode pencacahan spektrometri sinar-gamma.

No	Nama cuplikan	Jumlah unsur yang terdeteksi	Unsur yang terdeteksi
1.	CRM No. 10a	25	As, Br, Cr, Cl, Ce, Co, Cs, Fe, Ga, Hg, K, Mn, Mg, Mo, Na, Ni, Pb, Rb, Sr, Se, Sc, Sb, Tl, dan Zn (16 unsur sesuai sertifikat dari 21 unsur tersertifikasi)
2.	CRM No. 10b	26	Ag, As, Br, Cr, Cl, Ce, Cd, Co, Cs, Eu, Fe, Ga, Hg, K, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Pb, Rb, Sb, Sc, Th, Tl, dan Zn, (14 unsur sesuai sertifikat dari 21 unsur tersertifikasi).
3	CRM No. 10c.	20	As, Br, Co, Cl, Ce, Cd, Ga, Hg, K, Mn, Mg, Mo, Na, Nb, Pb, Rb, Sb, Se, Tl, dan Zn (14 sesuai sertifikat dari 21 unsur tersertifikasi).
4	SRM No. 1573a	19	Br, Ca, Co, Cl, Cs, Gd, I, K, La, Mg, Mn, Na, Pa, Sb, Sm, Sr, Ta, Th dan Zn. (16 unsur sesuai sertifikat dari 35 unsur tersertifikasi)

Tabel 2. Hasil analisis kuantitatif analisis cuplikan standar acuan dengan metode pencacahan spektrometri sinar-gamma (ppm)

Unsur	SRM 1573		CRM 10 a		CRM 10 b		CRM 10 c	
	NBS (ppm)	P2TRR (ppm)	NIES (ppm)	P2TRR (ppm)	NIES (ppm)	P2TRR (ppm)	NIES (ppm)	P2TRR (ppm)
Cd	1,52±0,04	-	0,023±0,004	-	0,32±0,02	0,365 (14%)	1,82±0,06	1,993 (9,5%)
Co	0,57±0,02	0,581±0,0011 (5,4%)	0,02	0,0215 (7,57%)	0,02	0,0216 (7,93%)	0,007	0,00722 (3,14%)
Mn	246±8	218±4 (12,5%)	34,7±1,8	38,1006 (9,8%)	31,5±1,6	28,224 (10,4%)	40,1±2,0	40,47 (9,23%)
Mg	-	-	0,134±0,008	0,1465 (9,33%)	0,131±0,006	0,1436 (9,6%)	0,125±0,008	0,1404 (12,3%)
Mo	-	-	0,35±0,05	0,3857 (10,2%)	0,42±0,05	0,4641 (10,5%)	1,6±0,1	1,75 (9,4%)
As	0,112±0,004	-	0,17	0,196 (15,3%)	0,11	0,127 (15,6%)	0,15	0,1727 (15,1%)
Se	0,054±0,003	-	0,06	0,067 (11,5%)	0,02	0,02202 (10,1%)	0,07	0,0806 (15,2%)
Zn	30,9±0,7	-	25,2±0,8	26,662 (5,8%)	22,3±0,9	25,645 (15%)	23,1±0,8	24,763 (7,2%)

Dari Tabel 1 dan Tabel 2 dapat diketahui bahwa metode/fasilitas AAN di P2TRR masih perlu ditingkatkan guna mencapai hasil yang

optimal. Meskipun demikian AAN di P2TRR masih cukup layak dan andal untuk tujuan analisis cuplikan lingkungan biologi.

KESIMPULAN

Dari hasil uraian yang telah ditulis dalam makalah ini, dapat disimpulkan beberapa hal:

Pertama, fasilitas laboratorium AAN di P2TRR cukup layak dan andal untuk analisis cuplikan lingkungan dari jenis cuplikan biologi.

Kedua, dari hasil analisis banyak unsur yang terkandung dalam cuplikan standar acuan *rice flour* dan *tomato leave* mempunyai hasil analisis dengan presisi yang baik untuk unsur-unsur Co, Mn, Zn, Mg, Mo dan Cd. Sedangkan untuk unsur As dan Se masih diperlukan penelitian yang lebih seksama.

DAFTAR PUSTAKA.

1. S. SUZUKI, S. HIRAI, "Radio-isotopes", 34-36,563 (1985)
2. S. SUZUKI, "Development of Instrumental Neutron Activation Analysis for applications of An Environmental samples", 88 (1988)
3. SUZUKI, S. HIRAI, "New gamma-ray Spectrometry System (GAMA-IV) for Neutron Activation Analysis", Anal. Sci. Bunseki Kagaku Vol. 41, 1992.

DISKUSI**Pertanyaan (Uju Jujuratisbela)**

1. Apakah yang dikerjakan dalam mengevaluasi presesi dan metode analisis aktivasi neutron ?
2. Hasil yang dilakukan dalam evaluasi tanggal yang penyimpangan antara (3 – 15)% ditindak lanjuti apa saja, terutama yang > 10%.

Jawaban (Sri Wardani)

1. Mengevaluasi metode AAN dan peralatan di P2TRR dengan membandingkan hasil analisis kuantitatif/ kualitatif dari cuplikan acuan dengan nilai sertifikat cuplikan acuan NIES/NBS dan dihitung besarnya penyimpangan yang diperoleh dalam %.
2. Dari hasil yang diperoleh akan dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai beberapa/faktor yang kemungkinan berpengaruh terhadap hasil analisis, antara lain :
 - a. Pembungkus Al foil terhadap iradiasi
 - b. Paparan sinar - γ dalam sistem rabbit
 - c. Koreksi terhadap fluks neutron dengan mengiradiasi fluks monitor bersama-sama cuplikan.
 - d. Memperbaiki metode preparasi cuplikan.

Pertanyaan (Anthony Simanjuntak)

1. Tujuan cooling down sampel ?

Jawaban (Sri Wardani)

1. Untuk menurunkan aktivitas cuplikan sampai pada harga dead time : < 10% untuk memperoleh presisi dan akurasi tinggi.
2. Untuk meluruhkan unsur-unsur yang mempunyai spektrum besar (konsentrasi tinggi) sehingga unsur-unsur dalam konsentrasi sangat rendah dapat dianalisis dengan baik.

Pertanyaan (Tagor Sembiring)

1. Mengapa terjadi peristiwa tidak terdeteksinya beberapa unsur untuk satu sampel sedangkan sampel lain dapat terdeteksi.
2. Kalau demikian terjadi, adanya peristiwa tidak terdeteksi suatu unsur, apakah lab NAA kita sudah memiliki kualitas yang baik (tersertifikasi) ?

Jawaban (Sri Wardani)

1. Pada penerapan metode AAN, sensitivitas, prosisi dan akurasi tergantung dari teknik AAN yang diterapkan, peralatan yang tersedia, software AAN dan jenis cuplikan. Akan tetapi juga ada kemungkinan karena ketidak tepatan dalam posisi iradiasi, persiapan cuplikan atau peralatan spektrometer sinar γ menyebabkan beberapa unsur yang tidak dapat terdeteksi.
2. Dari beberapa eksperimen terhadap, bermacam-macam jenis cuplikan acuan, ada beberapa unsur dalam satu jenis cuplikan tidak dapat terdeteksi, akan tetapi pada jenis cuplikan lain dapat terdeteksi dengan baik, sehingga secara keseluruhan hasil analisis, fasilitas lab NAA cukup layak dan andal sebagai lab analisis, hanya masih memerlukan pengembangan dan penelitian lebih lanjut.

Pertanyaan (Hudi Hastowo)

1. Apakah sudah diidentifikasi sumber-sumber yang membuat deviasi/kesalahan dan usaha mengurangi/memperkecil deviasi tersebut.
2. Pengukuran tunggal atau beberapa kali ?

Jawaban (Sri Wardani)

1. Sudah dilakukan identifikasi faktor-faktor yang mempengaruhi hasil analisis dengan metode AAN dengan kelompok RUT-VII AAN di P2TRR dan sedang dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap faktor-faktor yang berpengaruh tersebut.
2. Pengukuran dilakukan dengan beberapa kali eksperimen, dengan beberapa kali iradiasi cuplikan. Hasil analisis dievaluasi berdasarkan hasil eksperimen dengan iradiasi cuplikan pada tanggal 24-01-2000, 27-01-2000, 28-01-2000 dan 14-03-2000.

Pertanyaan (Taswanda)

1. Kenapa Ketelitian berbeda ?
2. Bagaimana meningkatkan lab NAA ?

Jawaban (Sri Wardani)

1. Dikarenakan beberapa faktor, antara lain :
 - a. Metoda AAN dalam pelaksanaannya dapat beberapa karena personil yang berbeda.
 - b. Persiapan cuplikan yang kurang tepat
 - c. Software dan fasilitas spektrometer sinar- γ yang berbeda dengan kepakaan, akurasi dan presisi terhadap jenis cuplikan.
 - d. Posisi iradiasi
2. Peningkatan lab AAN saat ini dengan melakukan penelitian lebih lanjut terhadap faktor-faktor yang berpengaruh terhadap hasil analisis cuplikan.