

## EVALUASI KEANDALAN METODE ANALISIS AKTIVASI NEUTRON DI P2TRR-BATAN

Sri Wardani, Th. Rina M, M. Diyah E. Lestari

### ABSTRAK

**EVALUASI KEANDALAN METODE ANALISIS AKTIVASINEUTRON DI P2TRR-BATAN.** Telah dilakukan evaluasi keandalan metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN) komparatif dan peralatan yang digunakan di P2TRR dengan menganalisis bahan standar acuan NIST-SRM 1648 dan NIES-CRM 8. Dari hasil analisis menunjukkan bahwa metode dan peralatan yang digunakan mempunyai presisi dan akurasi yang baik serta kepekaan tinggi. Pada eksperimen ini hanya beberapa unsur yang dapat dianalisis, yaitu: V, As, Mg, Sc, Cr, Co, dan Zn. Besarnya penyimpangan hasil analisis masing-masing unsur berkisar antara 2 – 13 % apabila dibandingkan dengan harga sertifikat.

### ABSTRACT

**EVALUATION OF THE CAPABILITY OF NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS AT P2TRR-BATAN.** The capability of the neutron activation analysis comparative method and used equipment at P2TRR-BATAN performed by analysis reference standard materials of NIST-SRM 1648 and NIES-CRM 8. The analysis results shown the method and equipments have a good precision and accuracy, and also have a high sensitivity results. In these experiments, few elements could analyze, namely: As, Mg, Sc, Cr, Co, and Zn. The standard deviation each element values obtained with 2 – 13%

### PENDAHULUAN

Dalam rangka mengembangkan laboratorium Analisis Aktivasi Neutron (AAN) di P2TRR untuk mendapatkan akreditasi di tingkat nasional dan di tingkat internasional, maka telah dilakukan beberapa perbaikan fasilitas lab dan metode AAN yang digunakan di P2TRR. Salah satu usaha yang telah dilakukan, yaitu dengan melakukan pengujian terhadap keandalan metode AAN yang meliputi sistem perangkat lunak spektrometer- $\gamma$  Gamma Trac dan sistem perangkat lunak KAYZERO/SOLCOI yang baru dimulai diterapkan di akhir tahun 2002. Untuk mengevaluasi keandalan metode dan peralatan yang digunakan dapat dilakukan dengan menganalisis bahan standar acuan dari National Institute of Standard and Technology (NIST, USA) SRM 1646a (*Estuarine sediment*), dan dari National Institute of Environmental Study (NIES, Jepang) CRM 8 (*Vehicle Exhaust Particulates*). Bahan standar acuan yang dianalisis diradiasi dengan neutron thermal di posisi sistem rabbit hidrolik dan dilakukan pengukuran energi sinar- $\gamma$  dari masing-masing yang terkandungnya dengan metode spektrometri sinar- $\gamma$  menggunakan detektor HPGe dan sistem perangkat lunak GAMMA TRAC (metode komparatif) serta

dengan metode  $k_0$ -INAA menggunakan sistem perangkat lunak KAYZERO/SOLCOI.

### METODOLOGI

#### 1. Evaluasi metode AAN komparatif

##### 1.1. Persiapan bahan acuan dan unsur standar komparator

Bahan acuan standar yang dianalisis terdiri dari NIST-SRM 1646a (*estuarine sediment*) dan NIES-CRM 8 (*Vehicle Exhaust Particulates*). Pemilihan bahan acuan berdasarkan pada kualitas dan spesifikasi bahan acuan yang dapat memenuhi kriteria analisis unsur polutan lingkungan, juga berdasarkan pada jenis cuplikan acuan standar lingkungan yang dapat mewakili berbagai jenis cuplikan lingkungan yang merupakan sasaran utama dalam program pemantauan lingkungan. Sedangkan unsur standar komparator yang digunakan adalah unsur standar yang sesuai dengan jenis unsur polutan pencemar lingkungan yang terkandung dalam bahan acuan, antara lain : Zn, As, Mg, Mn, V, Co, Cr, Cl, dan Sc.

Bahan acuan yang akan dianalisis dengan berat bervariasi 100–200 mg (umur paro panjang) dan 40 – 50 mg (umur paro pendek) dibungkus dengan kantung polietilen bersih rangkap dua (*high purity polyethylene bag*), dan di-seal pada

kedua sisinya. Untuk unsur standar komparator dibungkus dalam kantung polietilen rangkap dua (*high purity polyethylene bag*) yang dimasukkan kertas saring sebagai absorber larutan standar tersebut. Kemudian cuplikan dan unsur standar yang akan dianalisis dimasukkan ke dalam kapsul iradiasi yang sama untuk siap diiradiasi.

### 1.2. Iradiasi cuplikan.

Bahan standar acuan kemudian diiradiasi dengan neutron *thermal* di fasilitas program *rabbit* dengan waktu iradiasi yang tergantung pada jenis unsur yang akan ditentukan. Pada eksperimen ini, unsur yang dianalisis adalah unsur berumur paro panjang, dengan lama iradiasi 30-60 menit (umur paro panjang) dan untuk 50 - 1 menit (umur paro pendek) dengan fluks neutron  $> 10^{13} \text{ n.cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ , lama peluruhan 2-7 hari, dan lama pengukuran 3600-10000 detik. Untuk kepentingan analisis kuantitatif, cuplikan dan unsur standar secara

simultan/bersama-sama diiradiasi pada kondisi iradiasi yang sama.

### 1.3. Pengukuran spektrum sinar- $\gamma$

Untuk menganalisis kandungan unsur dalam cuplikan bahan acuan dengan metode spektrometri- $\gamma$  menggunakan detektor HPGe dan sistem perangkat lunak *GAMMA TRAC*. Untuk menunjang keandalan metode AAN pada tahapan analisis yang memadai agar diperoleh hasil yang sesuai dengan harapan dan kemampuan AAN yang sebenarnya, maka perangkat lunak yang baik dan memadai akan meningkatkan ketelitian hasil analisis yang sangat berarti. Cuplikan pasca iradiasi setelah mengalami pendinginan selama periode waktu tertentu, dilakukan pengukuran spektrum sinar- $\gamma$  dengan spektrometer- $\gamma$  pada jarak detektor (*S-D distance*) adalah 15 cm. Kondisi analisis bahan acuan ditunjukkan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Kondisi analisis cuplikan bahan acuan dengan metode komparatif

cuplikan	analisis $T_{1/2}$	t iradiasi	t pendingin.	t pengukuran
SRM 1646a /	pendek	30 - 50 det.	2 - 15 mnt	500 -2000 det.
	panjang	30 - 60 mnt	2 - 7 hari	3600 - 10000 det.
CRM 8	pendek	30 - 50 det.	2 - 15 mnt	500 -2000 det.
	panjang	30 - 60 mnt	2 - 7 hari	3600 - 10000 det.

### 1.4. Analisis kualitatif.

Pada analisis kualitatif ini dilakukan identifikasi unsur yang terkandung dalam bahan acuan standar. Identifikasi unsur dilakukan untuk menentukan banyaknya dan jenis unsur yang terkandung dalam cuplikan secara kualitatif yang ditentukan dari unsur nuklidanya.

### 1.5. Analisis kuantitatif.

Pada analisis kuantitatif ditentukan kuantitatif dari unsur-unsur yang terkandung dalam cuplikan dengan metode perbandingan (komparatif) antara spektrum cuplikan dan standar dari unsur yang akan dianalisis.

### 1.6. Hasil dan pembahasan

Hasil analisis cuplikan acuan akan memberikan data akurasi dan presisi dari metode dan peralatan yang digunakan dengan membandingkan pada harga sertifikat yang ada.

Presisi dan akurasi hasil yang diperoleh secara kuantitatif dari banyak unsur yang terkandung dalam cuplikan acuan tergantung pada keandalan metode AAN yang digunakan. Perangkat lunak dan jenis/spesifikasi peralatan pengukurannya dengan presisi yang diperbolehkan bervariasi antara 0% ~ 15%. Secara kualitatif, pengujian perangkat lunak yang dikembangkan terhadap spektrum gamma yang berasal dari bahan acuan di atas dimuat dalam Tabel 2. Jika dibandingkan dengan sertifikat, jumlah unsur dari 2 jenis cuplikan yang dapat dianalisis dengan *Gamma Trac*, berkisar antara 9 unsur dari 11 unsur yang tersertifikasi. Ada beberapa unsur yang belum dapat di analisis secara kuantitatif dikarenakan keterbatasan unsur standar pembanding yang tersedia dalam pengujian ini. Besar penyimpangan untuk masing-masing unsur pada analisis dengan *Gamma trac* berkisar antara 2 ~ 10.5%. Hasil analisis kuantitatif ditunjukkan dalam Tabel 3.

Tabel 2. Analisis kualitatif bahan acuan dengan Gamma Trac.

SRM 1646a		CRM 8	
Unsur NIST	Unsur Gamma Trac	Unsur NIES	Unsur Gamma Trac
Ba, Cd, Ce, Co, Cr, Fe, Se, Th, Sc, Zn, Sb (T <sub>1/2</sub> panjang)	Ba, Ce, Co, Cr, Fe, Hg, Se, Th, Sc, Zn, Hf, Pa	Cd, Cr, Cs, Co, Mo, Sb, Sc, Se, Th, Zn	Cd, Cr, Cs, Mo, Sb, Sc, Th, Zn, Co, Fe, W, I
Cu, Mg, Ni, Ti, V (T <sub>1/2</sub> pendek)	Ti, V, Mg	Cu, Mg, V	V, Mg, Si, Mn

Tabel 3. Analisis kuantitatif bahan acuan dengan Gamma Trac.

Unsur	SRM 1646a		CRM 8	
	NIST (mg/kg)	GT (mg/kg)/ (% deviasi)	NIES (mg/kg)	GT (mg/kg)/ (% deviasi)
Co	5	4,87 / (2,6)	3,3±0,3	3,323/ (2,1)
Cr	40,9± 1,9	36,68 / (10,32)	25,5±1,5	27,68 / (8,6)
Sc	5	5,45 / (9,0)	0,55	0,59 / (7,2)
Zn	48,9±1,6	-	0,104±0,005	0,110 / (5,8)
Mg	0,338± 0,009	0,348 / (10,31)	0,101±0,005	0,105 / (4,0)
V	44,84±0,76	39,10 / (12,8)	17±2	16,27 / (4,9)
As	6,23±0,21	7,03 / (12,8)	2,6±0,2	2,84 / (9,2)

## KESIMPULAN

Hasil pengujian keandalan metode AAN di P2TRR dengan menunjukkan hasil analisis dengan presisi dan akurasi yang baik dan layak untuk menganalisis cuplikan lingkungan, untuk beberapa unsur, seperti V, As, Cr, Sc, Co, Zn, dan Mg.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Dr.Dhandhang P., Drs. Amir Hamzah yang telah banyak membantu dalam melaksanakan penelitian ini sehingga dapat tersusunnya kertas kerja ini. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada kelompok PFI-BPTR dan para teknisi fasilitas iradiasi yang telah banyak membantu sehingga penelitian ini dapat dilaksanakan dengan baik.

## DAFTAR PUSTAKA

1. SUSAN J. PARRY, "Activation Spectrometry in Chemical Analysis", Vol. 119, 1990.
2. IAEA-RIPC Physics Section, "Nuclear Analysis Software", Vienna, 1991
3. SHOGO SUZUKI, "The Development of Instrumental Neutron Activation Analysis for Environmental Samples Analysis", Edition I, 1988
4. LLYOD A CURRIE, "Limits for Qualitative Detection and Quantitative Determination (Application to Radiochemistry) Analytical Chemistry DW", NBS, Vol. 40 No. 3, 1968
5. SHOGO SUZUKI, SHOJI HIRAI, Musashi Institute of Technology, "Bulletin of Atomic Energy Research Laboratory", MTR-941, Page 9-13, Vol. 20, 1994
6. SHOGO SUZUKI, SHOJI HIRAI, Musashi Institute of Technology, "Bulletin of Atomic Energy Research Laboratory", MTR-921, Page 37-45, Vol. 18, 1992.

**Penanya : Setiyanto**

Pertanyaan :

Ketelitian 10% itu masuk katagori topik apa jelaskan dan batasannya berapa ?

Jawaban :

Hasil analisis dengan besarnya penyimpangan relatif 10% dibandingkan dengan harga sertifikat termasuk hasil analisis dengan kategori baik, karena masih < 15%

**Penanya : Pudjijanto MS**

Pertanyaan :

1. Mana yang lebih akurat dalam melakukan pengukuran konsentrasi unsur bilmat dengan menggunakan metode komparatif atau absolut ? mohon penjelasannya.
2. Apakah perlu atau pernahkah dilakukan interkomparasi hasil analisis diantara beberapa Lab. AAN terakreditasi yang tersebar di seluruh Indonesia atau mungkin kawasan ASEAN.

Jawaban :

Metode komparatif mempunyai kendala pengadaan standar unsurnya dan sampai saat ini sering terjadi kegagalan untuk mengiradiasi beberapa jenis unsur standar, sehingga perhitungan konsentrasi unsur sering tidak bisa dilakukan, akan tetapi dari segi perhitungan relatif lebih mudah. Sedangkan dengan metode absolut (metode KAYZERO/SOLCOI) tidak memerlukan unsur standar dan hanya menggunakan 2  $k_0$ -monitor yaitu Al-0.1% Au Alloy dan Zr foil (99,7%) untuk perhitungan  $\alpha$ , f dan Fc, pada metode ini parameter reaktor yang diperlukan sebagai input data pada metode  $k_0$ -INAA cukup kompleks dan harus akurat, sehingga cukup rumit dan memerlukan ketelitian tinggi, akan tetapi hasil analisis supaya presisi dan akurasi baik serta sensitivitas tinggi, Output : konsentrasi (ng/g) S.D 1%, limit deteksi (ng/g) dengan beberapa opsi hasil analisis.