

MENENTUKAN KANDUNGAN PENGOTOR DALAM VIAL POLIETILEN DAN QUARTZ DENGAN METODE ANALISIS AKTIVASI NEUTRON

Elisabeth Ratnawati, Sunarko, Saleh Hartaman

ABSTRAK

MENENTUKAN KANDUNGAN PENGOTOR DALAM VIAL POLIETILEN DAN QUARTZ DENGAN METODE ANALISIS AKTIVASI NEUTRON. Telah dilakukan pengukuran kandungan pengotor dalam vial polietilen dan quartz dengan metode analisis aktivasi neutron di PRSG. Pengukuran kandungan pengotor ini dilakukan untuk menentukan kemurnian vial yang akan berpengaruh terhadap hasil analisis. Dari pengukuran yang dilakukan diperoleh hasil sebagai berikut, untuk vial jenis polietilen terdapat pengotor yang terdiri dari unsur Lanthanum dan Chromium masing-masing dengan konsentrasi $0.0958 \pm 0.022 \mu\text{g}/\text{gr}$ dan $0.2570 \pm 0.116 \mu\text{g}/\text{gr}$. Sedangkan pada vial jenis quartz terdapat pengotor yang terdiri dari unsur chromium dengan konsentrasi $1.0955 \pm 0.691 \mu\text{g}/\text{gr}$. Dengan diketahuinya jenis pengotor yang terdapat pada vial, diharapkan dapat digunakan sebagai pendukung dalam pencapaian hasil analisis sampel dengan metode AAN yang memiliki tingkat akurasi tinggi.

Kata kunci: Vial, pengotor

ABSTRACT

DETERMINING POLLUTANT CONTENT IN POLIETILEN VIAL AND QUARTZ WITH NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS METHOD. The measurement of pollutant content of polyethylene vial and quartz with neutron activation analysis method has been conducted in PRSG. The measurement of this pollutant content is done to determine of the vial clean which is have a fluence on to result of analysis. From the measurement done was obtained the following result, for the vial of polyethylene type there are pollutant which consist of Lanthanum element and Chromium with concentration each $0.0958 \pm 0.022 \mu\text{g} / \text{gr}$ and $0.2570 \pm 0.116 \mu\text{g} / \text{gr}$. While at the quartz vial type there are pollutant which consist of element of chromium with concentration $1.0955 \pm 0.691 \mu\text{g} / \text{gr}$. By known of the pollutant type which is found on the vial, it is expected can be used as a supporter in attainment of the sample analyze result by the AAN method which is owning high accuration level

Key words : Vial, pollutant

PENDAHULUAN

Metode analisis aktivasi neutron (AAN) merupakan salah satu metoda teknik nuklir yang digunakan untuk analisis multi unsur. Sampel yang akan di analisis terlebih dahulu di aktivasi dengan neutron di fasilitas iradiasi reaktor. Vial (pembungkus sampel) merupakan wadah sample yang turut di iradiasi sehingga harus terbuat dari bahan yang tahan terhadap panas dan memiliki kemurnian tinggi. Karena kebersihan vial akan berpengaruh terhadap hasil analisis. Ada beberapa jenis bahan pembuat vial, diantaranya polyethylene dan quartz. Pengotor dalam vial dapat berasal dari pengotor yang terdapat pada bahan bakunya maupun dari proses pembuatan vial tersebut. Pada penelitian ini akan ditentukan kandungan pengotor dari bahan vial jenis polietilen dan quartz yang sering dipakai di

laboratorium dengan metode AAN. Dengan diketahuinya jenis pengotor yang terdapat pada bahan vial (pembungkus sampel) tersebut diharapkan dapat digunakan sebagai pendukung dalam pencapaian hasil analisis sampel dengan metode AAN yang memiliki akurasi tinggi.

TEORI

Aktivasi neutron adalah iradiasi suatu inti dengan neutron untuk menghasilkan radionuklida. Jumlah radionuklida yang dihasilkan tergantung pada jumlah inti dalam target, jumlah neutron yang diterima oleh inti target, waktu iradiasi, jenis inti dalam target, faktor tampang lintang reaksi, dan waktu paroh radionuklida yang terbentuk. Radionuklida yang terbentuk akan meluruh sesuai dengan perubahan waktu dengan skema peluruhan yang karakteristik. Hal ini berarti distribusi hasil iradiasi akan dipengaruhi oleh waktu peluruhan.

Teknik aktivasi nuklir merupakan teknik analisis yang memanfaatkan berkas neutron, partikel bermuatan atau foton, yang masing-masing dihasilkan oleh suatu reaktor atau siklotron atau sejenisnya. Teknik aktivasi yang melibatkan penggunaan neutron, umumnya melibatkan penggunaan berbagai jenis neutron yang berlangsung dalam suatu fasilitas nuklir, khususnya reaktor nuklir.

Neutron termal adalah neutron yang berada dalam kesetimbangan termal dengan kecepatan gerakan atom-atom yang termoderasi. Distribusi energi dari neutron termal ini adalah Maxwellian, dengan kemungkinan kecepatannya adalah 2200 m.det^{-1} pada temperatur 20°C yang berkorelasi dengan energi $0,025 \text{ eV}$.

Teknik analisis aktivasi neutron didasarkan pada reaksi penangkapan neutron termal oleh sasaran (*target*) melalui reaksi (n, γ) . Neutron termal diabsorpsi oleh inti target dan menghasilkan inti yang kelebihan neutron yang bersifat tidak stabil. Inti ini selanjutnya cenderung akan mencapai keadaan setimbang (stabil) dengan melepaskan kelebihan energinya melalui transisi isomerik, atau melalui peluruhan β^- atau β^+ yang umumnya diikuti pula oleh emisi sinar- γ . Sinar- γ yang diemisikan pada umumnya bersifat karakteristik untuk suatu radionuklida tertentu, dan sifat ini digunakan untuk mengidentifikasi suatu radionuklida hasil aktivasi. Berdasarkan fenomena ini, maka dimungkinkan untuk menentukan unsur suatu benda, baik secara kualitatif maupun kuantitatif secara simultan tanpa dipengaruhi oleh sifat-sifat kimia dari cuplikan.

Dalam metode komparatif AAN, kuantitas unsur dalam analit berbanding lurus dengan sinyal yang diukur oleh detektor, yaitu laju pencacahan dari radiasi yang spesifik untuk nuklida yang akan ditentukan. Pada metode ini, sejumlah masa unsur yang diketahui jumlahnya (W_s) diiradiasi bersama-sama dengan sampel yang akan ditentukan kuantitas unturnya. Keduanya baik sampel maupun standar, selanjutnya dicacah secara berurutan pada posisi geometri pencacahan yang sama. Formulasi untuk menghitung kuantitas unsur dalam sampel adalah sebagai berikut,

$$Cu = \frac{(Np)_{cuplikan}}{(Np)_{standar}} \times W_{standar}$$

dengan :

Cu : konsentrasi analit dalam sampel

$(Np)_{cuplikan}$: luas puncak cuplikan

$(Np)_{standar}$: luas puncak standar

$W_{standar}$: berat unsur standar

Vial merupakan wadah sampel yang turut diiradiasi dan akan dicacah secara bersamaan dengan cuplikan yang ada di dalamnya, sehingga kemurnian dari vial akan mempengaruhi hasil analisis. Oleh karena itu vial harus benar-benar bersih dan bebas dari kontaminan terutama yang menempel pada permukaannya. Ada beberapa cara untuk mengetahui bahan pengotor pada vial, diantaranya adalah menentukan langsung kandungan unsur di dalamnya seperti yang dilakukan dalam penelitian ini.

Wadah sampel bisa dibuat dari bahan polietilen maupun quartz. Ada dua jenis polietilen yang biasa diperdagangkan. Pertama adalah *Low Density Polyethylene* (LPDE) dengan rantai polimer yang bercabang dibuat dengan cara proses tekanan tinggi. Yang kedua adalah *High Density Polyethylene* (HPDE) yang merupakan polimer rantai lurus dengan densitas tinggi dan dibuat dengan proses katalik. HPDE dapat diiradiasi lebih lama dibandingkan dengan LPDE. Dalam HPDE biasanya terkandung unsur Cr atau logam lain yang digunakan sebagai katalis, sedangkan LPDE secara umum lebih bersih dibandingkan HPDE. Polypropilene mengandung lebih banyak lagi unsur pengotor dari pada yang lain. Sedangkan Polystirene mempunyai ketahanan radiasi yang lebih baik dan bersih dari kontaminan.

Wadah sampel yang terbuat dari quartz biasanya digunakan untuk sampel yang memerlukan iradiasi lama dengan fluks neutron tinggi, misalkan sampel biologi. Namun

wadah sampel dari quartz memiliki beberapa kelemahan, yaitu akan mengalami kesulitan dalam hal menutup ampul quartz tersebut karena quartz memiliki titik leleh yang sangat tinggi. Kendala lain yaitu, quartz dengan kemurnian yang tinggi harganya sangat mahal. Sedangkan kalau menggunakan quartz yang memiliki kemurnian rendahakan menyebabkan mineral quartz itu sendiri yang teraktivasi.

Beberapa contoh konsentrasi pengotor (impuritas) yang biasanya terkandung dalam polyetilene dan quartz ditunjukkan pada Tabel 1. Konsentrasi ini tidak akan sama untuk semua jenis polyethylene dan quartz, tergantung pada proses pembuatannya.

Tabel 1. Konsentrasi pengotor yang umumnya terdapat dalam bahan polietilen dan quartz

JENIS UNSUR	POLIETILEN ($\mu\text{g}/\text{gr}$)	QUARTZ $\mu\text{g}/\text{gr}$
Ag	-	1-10
Al	$80 \cdot 10^5$	-
As	-	0.17-10
Br	$100 \cdot 10^4$	10-100
Ca	-	1-10
Cd	-	1-10
Cl	$100 \cdot 3 \cdot 10^4$	$100 \cdot 10^4$
Co	0.07-10	0.3-10
Cr	15-300	1.6-100
Cs	0.05	0.12
Cu	1-17	2-100
I	10-100	-
Fe	$100 \cdot 10^4$	$100 \cdot 10^4$
Hg	1-10	0.03
K	$100 \cdot 10^4$	$100 \cdot 10^4$
Mg	80-1500	-
Mn	10-100	1-10
Mo	-	10-500
Na	$40 \cdot 10^5$	-
Ni	-	10-500
Rb	-	2-20
Sb	0.18-10	0.4-10
Se	10-100	0.7-10
Sn	10-100	-
Sr	$100 \cdot 10^4$	-
Ti	$5 \cdot 10^3$	-
Th	3	0.46-10
U	840	-
Zn	$28 \cdot 10^4$	20-40

METODA PENELITIAN

Metode Penelitian ini dibuat dengan langkah-langkah sebagai berikut :

1. Preparasi vial dan unsur standar

Vial dari jenis polietilene dan quartz yang akan diukur kandungan pengotornya masing-masing terdiri dari dua replikat. Masing-masing replikat diiradiasi dengan waktu paruh pendek (polietilene 1), waktu sedang (polietilene 2) dan waktu paruh panjang (polietilene 3).

Demikian juga untuk vial jenis quartz, untuk waktu paruh pendek (quartz 1), waktu paruh sedang (quartz 2) dan waktu paruh panjang (quartz 3). Bahan acuan standar yang dipergunakan adalah SRM 2780, dengan berat berkisar antara 20-30 mg. Vial dan bahan acuan kemudian dimasukkan kedalam kapsul iradiasi.

2. Iradiasi neutron

Iradiasi dilakukan untuk unsur-unsur dengan waktu paruh pendek, medium dan panjang. Untuk unsur yang mempunyai waktu paruh pendek iradiasi dilakukan selama 1 menit, waktu paruh sedang 10 menit, dan waktu paruh panjang selama 1 jam. Iradiasi dilakukan di Sistem Rabbit hidrolis dengan fluks neutron $3,5 \times 10^{13} \text{ n.cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$

3. Pengukuran sinar γ

Pada analisis dengan metode AAN komparatif, untuk mengukur spektrum energi sinar γ dan besarnya unsur pengotor yang terkandung dalam vial yang teraktivasi dilakukan dengan spektrometri γ menggunakan detektor HPGe.

4. Analisis kualitatif dan kuantitatif

Analisis kualitatif dilakukan untuk mengidentifikasi unsur pengotor yang terkandung dalam vial polietilene maupun quartz. Sedangkan analisis kuantitatif ditentukan dengan metode komparatif yaitu dengan membandingkan antara luas puncak dari cuplikan teriradiasi dibagi dengan luas puncak standar.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil pengukuran yang telah dilakukan diperoleh jenis pengotor (impuritis) yang terdapat dalam vial jenis polietilen dan quartz adalah seperti ditunjukkan pada Tabel 2 dan 3

Tabel 2 : Hasil pengukuran pengotor vial secara kualitatif

No.	Jenis Vial	Berat keping (gr)	Lama iradiasi (menit)	Lama pencacahan (menit)	Unsur yang terkandung
1	Polietilen 1	0,26156	1	60	-
2	Polietilen 2	0,26809	5	600	La
3	Polietilen 3	0,26394	120	3600	Cr
4	Quartz 1	0,03997	1	60	-
5	Quartz 2	0,03808	5	600	-
6	Quartz 3	0,05126	120	3600	Cr

Tabel 3 : Hasil pengukuran pengotor vial secara kuantitatif

No.	Jenis Vial	Berat keping (gr)	Unsur yang terkandung	Konsentrasi ($\mu\text{g}/\text{gr}$)	Ketidakpastian (dalam %)
1	Polietilen 1	0,26156	-	-	-
2	Polietilen 2	0,26809	La	0.0958 ± 0.022	23.184
3	Polietilen 3	0,26394	Cr	0.2570 ± 0.116	45.035
4	Quartz 1	0,03997	-	-	-
5	Quartz 2	0,03808	-	-	-
6	Quartz 3	0,05126	Cr	1.0955 ± 0.691	63.026

Dari hasil analisis secara kualitatif diperoleh adanya unsur-unsur pengotor yang terdapat di dalam vial jenis polietilene maupun quartz. Pada polietilen 2 yang di iradiasi selama 5 menit, ditemukan adanya unsur Lanthanum sedangkan pada polietilene 3 yang diiradiasi selama 60 menit ditemukan adanya unsur Chromium. Untuk vial jenis quartz, unsur yang ditemukan hanya pada quartz 3 yang diiradiasi selama 60 menit, yaitu unsur Chromium. Setelah dilakukan analisis secara kuantitatif maka diperoleh nilai/ konsentrasi dari unsur-unsur pengotor tersebut. Untuk vial jenis polietilen, terdapat pengotor yang terdiri dari unsur Lanthanum dan Chromium masing-masing dengan konsentrasi $0.0958 \pm 0.022 \mu\text{g}/\text{gr}$ dan $0.2570 \pm 0.116 \mu\text{g}/\text{gr}$. Sedangkan pada vial jenis quartz terdapat pengotor yang terdiri dari unsur chromium dengan konsentrasi $1.0955 \pm 0.691 \mu\text{g}/\text{gr}$. Kandungan chromium yang terdapat dalam vial polietilene maupun quartz ini masih jauh dibawah kandungan chromium yang terdapat dalam vial pada umumnya seperti yang tertera pada tabel 1. Pengotor yang terdapat dalam vial, baik itu vial jenis polietilen maupun quartz ini pada umumnya berasal dari bahan baku maupun katalis yang dipergunakan pada saat

pembuatan. Karena bahan baku yang digunakan pada saat pembuatan tidak mungkin bebas dari pengotor/ kontaminan.

Dari hasil analisis kuantitatif diperoleh prosentase nilai ketidakpastian yang tinggi. Kemungkinan hal ini terjadi karena waktu pencacahan yang kurang lama, sehingga kesalahan akibat pencacahan menjadi penyumbang utama yang mengakibatkan nilai ketidakpastian tersebut menjadi besar. Oleh karena kandungan pengotor yang terdapat dalam vial mempunyai orde yang amat kecil ($\mu\text{g}/\text{gr}$) maka seharusnya dibutuhkan waktu yang lebih lama untuk pencacahan agar dapat meminimalkan kesalahan.

KESIMPULAN

Kandungan pengotor vial baik yang dibuat dari bahan polietilen maupun quartz mempunyai nilai yang amat kecil sehingga tidak berpengaruh terhadap hasil perhitungan analisis secara kuantitatif.

DAFTAR PUSTAKA

1. IAEA, Practical Aspect of Operating A Neutron Activation Laboratory, IAEA-TECDOC-564, Wina 1990
2. NIST, "Certificate of Analysis Standard Reference Material 2780 Hard Rock Mine Waste", Gaithersburg, MD 20899, Certificate Issue date 31 January 2003.
3. Sutisna, Prinsip Dasar Analisis Aktivasi Neutron Instrumental, Pelatihan Penyelia Laboratorium Analisis Aktivasi Neutron, Jakarta, 2003
4. Syaeful Yusuf, Penanganan Sampel, Pelatihan Penyelia Laboratorium Analisis Aktivasi Neutron, Jakarta, 2003
5. Wisnu Susetyo, Spektrometri Gamma Dan Penerapannya Dalam Analisis Pengaktifan Neutron, Gajah Mada University Press, 1988.