

## VERIFIKASI KINERJA ALAT *PARTICLE SIZE ANALYZER* (PSA) HORIBA LB-550 UNTUK PENENTUAN DISTRIBUSI UKURAN NANOPARTIKEL

Witri Nuraeni, Isti Daruwati, Eva Maria W, dan Maula Eka Sriyani

Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri-BATAN, Jl.Tamansari 71 Bandung 40132

Email : witrinuraeni@gmail.com

### ABSTRAK.

**VERIFIKASI KINERJA ALAT *PARTICLE SIZE ANALYZER* (PSA) HORIBA LB-550 UNTUK PENENTUAN DISTRIBUSI UKURAN NANOPARTIKEL.** Dengan semakin meningkatnya perkembangan ilmu pengetahuan di bidang nanoteknologi membuat penelitian menggunakan material berukuran nanopartikel banyak dilakukan. Penelitian yang menggunakan bahan dasar berukuran nanometer memerlukan suatu alat yang dapat menganalisis ukuran partikel secara tepat. Salah satu alat yang digunakan di BATAN untuk menganalisis distribusi ukuran partikel berskala nanometer adalah *Particle Size Analyzer* (PSA) HORIBA LB 550. Verifikasi kinerja *Particle Size Analyzer* (PSA) dilakukan untuk memastikan dan mengkonfirmasi bahwa alat ukur yang digunakan dapat memberikan hasil yang valid dan handal dalam penentuan distribusi ukuran nanopartikel. Verifikasi dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi larutan standar polistiren lateks (PSL) berukuran 102 nm yang diencerkan 20, 200 dan 2000 kali serta perbandingan dua cara pengoperasian alat, manual dan otomatis, dan penggunaan dua bentuk distribusi, *sharp* dan *standar*. Hasil verifikasi menunjukkan bahwa metode pengoperasian secara manual dan otomatis menghasilkan nilai akurasi pada rentang 95-100% dan nilai presisi pada rentang 95-99%. Pada cara pengoperasian manual dengan bentuk distribusi *sharp* dan pengenceran 200 kali diperoleh nilai ukuran partikel yang paling mendekati dengan nilai yang tercantum dalam sertifikat NIST, yaitu  $102 \pm 2,78$  nm dengan nilai akurasi 99,92% dan presisi 97,27%. Selanjutnya cara pengoperasian ini dapat digunakan dalam prosedur verifikasi berikutnya untuk keperluan data laboratorium.

**Kata kunci :** PSA, Nanopartikel, Verifikasi Kinerja

### ABSTRACT.

**PERFORMANCE VERIFICATION OF PARTICLE SIZE ANALYZER (PSA) HORIBA LB-550 FOR DETERMINATION OF NANOPARTICLES SIZE DISTRIBUTION.** The increasing of nanotechnology development makes a lot of research for nanometer-sized material had been conducted. Basic research using nanometer-sized materials requires an instrument that can analyze particle size precisely. One of the instrument used in BATAN to analyze the size distribution of nanometer-scale particles is *Particle Size Analyzer* (PSA) HORIBA LB 550. Verification of the performance of the *Particle Size Analyzer* (PSA) has been conducted to ensure and confirm that the measuring instruments used to provide valid and reliable results in the determination of the distribution of nanoparticle sizes. Verification is done by varying the concentration of the standard solution of polystyrene latex (PSL) size of 102 nm that were diluted to 20, 200 and 2000 times with the comparison of two-way operation of the equipment, manual and automatic, and the use of two forms of distribution, sharp and standards. Verification results showed that the method of operation both manually and automatically generate values in the range of 95-100% accuracy and precision values in the range 95-99%. The value of the particle size that come closest to the values listed in the NIST certificate, ie  $102 \pm 2.78$  nm with an accuracy value of 99.92% and precision of 97.27% was obtained by diluting 200 times with the operating manual and the sharp distributions mode. Furthermore these operations can be used in the subsequent verification procedures for the purpose of laboratory data.

**Key words:** PSA, Nanoparticle, Performance Verification

## 1. PENDAHULUAN

Perkembangan nanoteknologi sudah mulai diaplikasikan hampir di semua bidang ilmu. Hal ini disebabkan karena material berukuran nanopartikel memiliki sifat lebih menguntungkan daripada yang berukuran besar. Sehingga banyak penelitian dilakukan untuk menghasilkan suatu produk berskala nanopartikel. Negara-negara maju berlomba-lomba untuk meraih keunggulan di bidang yang sangat menarik ini sehingga mereka berani mengalokasikan dana yang sebesar-besarnya untuk pengembangan bidang nanoteknologi. Ini membuktikan komitmen negara-negara tersebut dan keyakinan mereka bahwa nanoteknologi adalah jawaban untuk masa depan [1].

Indonesia sebagai negara yang memiliki kekayaan alam yang melimpah harus mampu berperan dalam pengembangan nanoteknologi ini. BATAN (Badan Tenaga Nuklir Nasional) yang merupakan lembaga negara yang melakukan penelitian dan pengembangan di bidang nuklir juga telah banyak melakukan penelitian dengan menggunakan senyawa atau material berukuran nanometer. Sebagai contoh penelitian yang sudah dan sedang dilakukan di PTNBR-BATAN, yaitu pembuatan radiofarmaka  $^{99m}\text{Tc}$ -Human Serum Albumin (HSA) yang berbentuk nanokoloid untuk limfosintinografi, pembuatan nanomaterial berbasis silika untuk sediaan bertanda Rhenium-188 dalam aplikasi *radiosynovectomy*, dan sintesis nanopartikel  $\text{ZrO}_2$  dari bahan lokal pasir Zirkon untuk nanofluida sebagai pendingin reaktor.

Sebelum suatu sediaan atau bahan berbentuk nanopartikel digunakan dalam aplikasinya, terlebih dahulu harus diketahui ukuran partikelnya secara pasti. *Particle Size Analyzer* (PSA) merupakan salah satu alat yang dapat digunakan untuk pengujian distribusi ukuran partikel berukuran nanometer. Kebenaran dan keabsahan hasil pengujian sangat tergantung pada kebenaran dan ketelitian alat ukur dan alat uji yang memenuhi sistem mutu sesuai dengan standar internasional ISO/IEC 17025 : 2008. Data yang dihasilkan haruslah berasal dari pengujian dengan metode yang telah divalidasi atau diverifikasi dari metode standar [2]. Tujuan dari kegiatan ini adalah memverifikasi kinerja alat PSA untuk penentuan distribusi ukuran nanopartikel menggunakan standar polistiren latex (PSL) berukuran partikel 102 nm. Parameter yang digunakan pada verifikasi ini meliputi akurasi dan presisi.

## 2. TEORI

Nanoteknologi adalah ilmu pengetahuan dan

teknologi yang mengontrol zat, material, dan sistem pada skala nanometer sehingga menghasilkan fungsi baru yang belum pernah ada. Skala satu nanometer sama dengan satu per seribu mikrometer ( $1 \text{ nm} = 1/1.000 \mu\text{L} = 1/1.000.000 \text{ mm} = 1/1.000.000.000 \text{ m}$ ). Perbandingan antara satu meter dengan satu nanometer sama halnya dengan perbandingan antara bola bumi dengan bola pingpong. Dapat dipahami bahwa satu per 1.000.000.000 m adalah sebuah ukuran yang sangat kecil [1]. Akan tetapi karakteristik material dapat menjadi berbeda setelah menjadi nanomaterial, dalam hal ini ada dua alasan. Pertama, nanomaterial memiliki *surface area* yang besar daripada material awalnya. Hal ini dapat meningkatkan reaktifitas kimia dan meningkatkan kekuatan sifat elektronik. Yang kedua adalah efek kuantum yang mendominasi bahan dari skala nano terutama pada pengaruh optikal dan sifat magnetik material [3]. Hal inilah yang menyebabkan aplikasi nanoteknologi merambah ke berbagai produk dewasa ini, mulai dari bidang kedokteran, farmasi, konstruksi, industri makanan, tekstil, keramik, dan lain-lain [4].

*Particle Size Analyzer* (PSA) HORIBA LB 550 merupakan salah satu alat yang dapat digunakan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel berukuran nanometer. Prinsip pengukuran alat PSA ini berdasarkan pada hamburan cahaya laser oleh partikel-partikel dalam sampel. Cahaya yang berasal dari laser dipancarkan melalui pinhole (jarum kecil) kemudian dikirim ke partikel dalam sampel. Partikel-partikel dalam sampel menghamburkan kembali cahayanya melalui pinhole dan masuk ke detektor. Sinyal analog yang terdeteksi diubah menjadi sinyal digital yang kemudian diolah menjadi deret hitung [5].

Validasi adalah proses pembuktian atau konfirmasi pengujian yang objektif di laboratorium, dan bahwa metode itu memenuhi persyaratan yang telah ditentukan, yang sesuai dengan tujuan penggunaannya [6]. Parameter yang digunakan dalam verifikasi ini diantaranya adalah akurasi dan presisi.

Nilai akurasi adalah kedekatan sebuah hasil analisis rata-rata dengan nilai sebenarnya. Nilai akurasi dapat dinyatakan [6,7] :

$$\text{Akurasi} = \left( 100 - \left( \frac{|HA - KS| \times 100}{KS} \right) \right) \%$$

Presisi menunjukkan kesesuaian antara beberapa pengulangan yang diukur dengan cara yang sama, dinyatakan dalam rumus [6,7]:

$$\text{Presisi} = \left( 100 - \left( \frac{SD \times 100}{HA} \right) \right) \%$$

KS : kadar yang tercantum dalam sertifikat SRM  
HA : Kadar hasil analisis  
SD : Standar Deviasi

### 3. TATAKERJA

#### 3.1 Alat dan Bahan

Alat dan bahan utama yang digunakan dalam kegiatan ini antara lain: *Particle Size Analyzer* (PSA) LB 550 buatan Horiba, *vortex mixer*, cuvet, *micropipet* 500  $\mu\text{L}$ , standar Polistiren Latex (PSL) 102 nm, dan aquabidest.

#### 3.2 Preparasi Standar

Dalam penelitian ini digunakan tiga macam pengenceran, yaitu 20 kali, 200 kali, dan 2000 kali. Standar baku dimasukkan kedalam vial bersih sebanyak 4 tetes, kemudian diencerkan dalam 4 mL aquabidest.

Kemudian dibuat larutan standar 200 kali pengenceran dari standar 20 pengenceran. Selanjutnya dibuat standar 2000 kali pengenceran dari standar 200 pengenceran.

#### 3.3 Pengujian Ukuran dan Distribusi Partikel Menggunakan Alat *Particle Size Analyzer* (PSA) Secara Otomatis

Sebelum digunakan, alat PSA dipanaskan terlebih dahulu selama  $\pm 20$  menit. Setelah itu, perangkat komputer yang terhubung dengan alat dinyalakan. Kemudian mulai dilakukan pengaturan pada alat. Untuk pertama kali digunakan cara otomatis dengan bentuk grafik distribusi *standard*. Larutan standar 20 kali pengenceran dikocok menggunakan *vortex mixer* selama  $\pm 1$  menit. Kemudian dimasukkan ke dalam cuvet bersih hingga terisi 2/3 cuvet. Setelah itu cuvet yang berisi larutan standar di masukkan kedalam alat dan ditutup dengan sebuah sensor. Sebelum diukur, suhu dikondisikan terlebih dahulu pada 25 °C dengan menekan menu "*Temp.Panel*". Standar mulai diukur dengan menekan menu "*Auto1*". Maka secara otomatis alat akan mengukur besarnya ukuran partikel sebanyak enam kali pengukuran. Prosedur yang sama dilakukan terhadap larutan

standar 200 kali pengenceran dan 2000 kali pengenceran. Prosedur selanjutnya menggunakan cara otomatis dengan bentuk distribusi *sharp*. Prosedur dilakukan sama dengan pada metode otomatis pertama, tetapi pengaturan grafik distribusi diganti dengan bentuk *sharp* [5].

#### 3.3 Pengujian Ukuran dan Distribusi Partikel Menggunakan Alat *Particle Size Analyzer* (PSA) Secara Manual

Variasi selanjutnya adalah pengukuran menggunakan cara manual. Pertama, metode manual dengan bentuk distribusi gravik *standard*. Larutan standar 20 kali pengenceran dikocok menggunakan *vortex mixer* selama  $\pm 1$  menit. Kemudian dimasukkan ke dalam cuvet bersih hingga terisi 2/3 cuvet. Setelah itu cuvet yang berisi larutan standar di masukkan kedalam alat dan ditutup dengan sebuah sensor. Sebelum diukur, suhu dikondisikan terlebih dahulu pada 25 °C dengan menekan menu "*Temp.Panel*". Standar mulai diukur dengan menekan menu "*Meas.Panel*". Maka alat akan mengukur sebanyak satu kali pengukuran. Selanjutnya cuvet dikeluarkan dan larutan standar dimasukkan kembali ke dalam vial. Selang beberapa menit standar diukur kembali dengan prosedur yang sama. Begitu seterusnya sampai enam kali pengukuran. Prosedur yang sama dilakukan terhadap larutan standar 200 kali pengenceran dan 2000 kali pengenceran. Kedua, cara manual dengan bentuk distribusi grafik *sharp*. Prosedur dilakukan sama dengan pada metode manual pertama, tetapi pengaturan gravik distribusi diganti dengan bentuk *sharp* [5].

### 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

*Particle size analyzer* (PSA) merupakan alat yang menggunakan prinsip hamburan cahaya dinamis untuk mengukur distribusi ukuran partikel yang mengalami gerak Brown [8]. Metode ini dinilai lebih akurat dibandingkan dengan metode analisa gambar seperti SEM dan TEM karena menggunakan cahaya laser sebagai media informasi terhadap pengukuran objek (partikel) [9]. Selain itu waktu pengukuran yang lebih cepat karena cahaya memiliki kecepatan rambat yang sangat besar sehingga dapat mengirim informasi dalam waktu yang sangat

singkat[10].

Gerak Brown yang terjadi pada partikel zat cair mengalami tumbukan satu sama lain maupun tumbukan dengan tembok dinding ruang. Sehingga apabila ditembakkan sinar laser dapat menyebabkan hamburan cahaya dengan berbagai frekuensi baik yang berasal dari partikel bergerak cepat maupun yang bergerak lambat. Berbagai frekuensi tersebut terdeteksi oleh detektor, kemudian diterjemahkan dalam bentuk sinyal cahaya yang fluktuatif. Sinyal dari masing-masing partikel baik yang berkecepatan tinggi maupun lambat diubah secara aritmatika kedalam bentuk data daya spektrum menggunakan metode transformasi Fourier.

Daya spektrum pada PSA HORIBA LB-550 menggambarkan perbedaan frekuensi sinyal cahaya yang dihamburkan partikel dan seberapa banyak intensitas yang dihasilkan dari masing-masing frekuensi tersebut. Jika digambarkan dalam bentuk grafik, frekuensi sebagai sumbu  $x$  (absis) dan intensitas sebagai sumbu  $y$  (ordinat). Data daya spektrum ini dihitung menggunakan teknik matematika yang disebut *fast Fourier transform* sehingga diperoleh data distribusi ukuran partikel. Berikut persamaan rumus ukuran partikel dari daya spektrum [8]:

$$S_0(\omega) = 2 DK^2 / \{(2 DK^2)^2 + \omega^2\}$$

$S$  = frekuensi/intensitas

$\omega$  = frekuensi angular dari partikel

$D$  = koefisien difusi

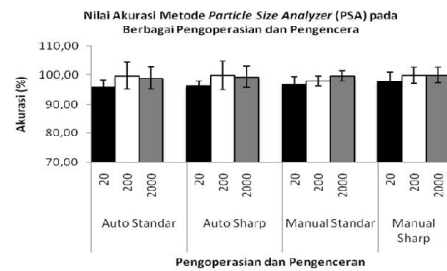
$K$  = vektor hamburan

Pada alat PSA memungkinkan analisis sinyal untuk setiap partikel sehingga dapat dipastikan distribusi partikel dengan presisi yang tinggi. Namun, pada suatu alat ukur perlu dilakukan verifikasi untuk mengkonfirmasi bahwa alat tersebut dapat memberikan hasil yang valid dan *realible*.

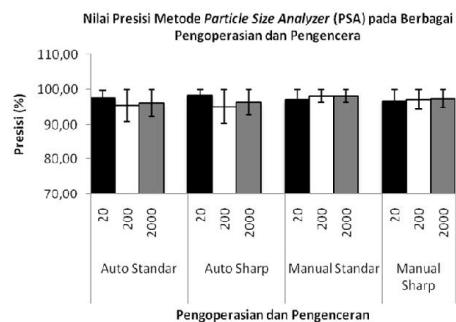
Verifikasi PSA ini dilakukan dengan beberapa variasi pengoperasian dan pengenceran. Variasi cara pengoperasian yang digunakan adalah secara otomatis dan manual. Pada masing-masing pengoperasian terdapat dua macam bentuk grafik distribusi yang digunakan, yaitu bentuk *standard* dan *sharp*. Cara otomatis adalah pengoperasian secara langsung sebanyak enam kali pengukuran dengan satu kali proses preparasi sampel. Sedangkan cara manual adalah pengoperasian untuk satu kali pengukuran dengan satu kali proses preparasi sampel.

Standar yang digunakan adalah polistiren latex (PSL) yang merupakan standar akurat dan mampu telusur karena sudah terkalibrasi oleh

National *Institute of Standards and Technology* (NIST). Dalam sertifikat NIST tercantum bahwa standar berukuran  $102 \pm 3$  nm. Dikarenakan harga standar yang cukup mahal dan untuk keperluan efisiensi, standar yang digunakan adalah dalam bentuk yang sudah diencerkan. Dalam verifikasi ini digunakan tiga macam pengenceran, yaitu 20 kali, 200 kali, dan 2000 kali.



**Gambar 1.** Nilai Akurasi Metode *Particle Size Analyzer* (PSA) pada Berbagai Pengoperasian dan Pengenceran



**Gambar 2.** Nilai Presisi Metode *Particle Size Analyzer* (PSA) pada Berbagai Pengoperasian dan Pengenceran

Pada Gambar 1 dan 2 terlihat bahwa hasil pengukuran partikel standar menggunakan alat PSA dengan berbagai cara pengukuran menunjukkan hasil yang tidak jauh berbeda satu sama lain, yaitu berada pada rentang 97-107 nm. Sebagian besar nilai-nilai tersebut masih berada pada rentang nilai yang tercantum pada sertifikat NIST. Walaupun terdapat nilai yang tidak masuk ke dalam rentang yang tercantum pada sertifikat NIST, hal ini dapat ditoleransi karena alat sendiri memiliki nilai ketidakpastian. Untuk PSA HORIBA LB 550 dengan standar PSL 102 nm memiliki nilai ketidakpastian  $\pm 10\%$  sehingga rentang yang diperbolehkan alat

untuk standar PSL yang digunakan ini adalah  $102 \pm 10,2$  nm. Selain itu juga, terlihat bahwa pengenceran terhadap standar tidak berpengaruh terhadap hasil pengukuran. Hal ini disebabkan karena yang terukur oleh alat adalah bentuk partikel terdistribusinya, bukan medium dari pendispersinya.

Perbedaan cara dari pengoperasian ini disesuaikan dengan kebutuhan berdasarkan jenis sampel. Bentuk distribusi *standard* digunakan untuk pengukuran sampel dengan polidispersan dimana sampel mengandung partikel dengan berbagai ukuran diameter. Sedangkan Bentuk distribusi *sharp* digunakan untuk pengukuran sampel monodispersan dimana sampel mengandung ukuran partikel yang sama[5].

Tabel 1. Tabel nilai akurasi dan presisi pada berbagai metode pengukuran.

Metode	Pengenceran	Rata-rata (nm)	Akurasi (%)	Presisi (%)
Auto Standar	20	$97,68 \pm 2,41$	95,76	97,53
	200	$101,62 \pm 4,54$	99,62	95,53
	2000	$103,08 \pm 3,86$	98,94	96,25
Auto Sharp	20	$105,88 \pm 1,63$	96,19	98,46
	200	$101,80 \pm 4,89$	99,80	95,20
	2000	$102,72 \pm 3,63$	99,30	96,47
Manual Standar	20	$98,67 \pm 2,78$	96,73	97,18
	200	$99,77 \pm 1,75$	97,81	98,24
	2000	$101,63 \pm 1,79$	99,64	98,23
Manual Sharp	20	$99,73 \pm 3,26$	97,78	96,73
	200	$102,08 \pm 2,78$	99,92	97,27
	2000	$102,10 \pm 2,64$	99,90	97,42

Seperti terlihat pada Tabel 1, nilai ukuran partikel yang paling mendekati dengan nilai yang tercantum pada sertifikat NIST adalah pada cara pengoperasian manual dengan bentuk distribusi *sharp*. Selain itu terlihat bahwa pada cara pengoperasian tersebut dengan berbagai variasi konsentrasi masih diperoleh nilai ukuran partikel yang masuk ke dalam rentang yang tercantum dalam NIST. Sedangkan pada cara pengoperasian yang lain, nilai yang diperoleh terdapat nilai yang tidak masuk kedalam rentang nilai yang tercantum dalam NIST. Akan tetapi, pada cara pengoperasian manual dengan bentuk distribusi *sharp*, nilai yang paling mendekati dengan nilai yang tercantum pada NIST adalah pada pengenceran 200 kali, yaitu

diperoleh nilai ukuran partikel  $102 \pm 2,78$  nm dengan nilai akurasi 99,92% dan presisi 97,27%. Sehingga cara pengoperasian manual dengan bentuk distribusi *sharp* dan pengenceran 200 dapat digunakan untuk proses verifikasi selanjutnya.

Perbedaan hasil pengukuran pada alat dapat disebabkan karena perbedaan suhu pada saat pengukuran dilakukan. Oleh karena itu, sebelum pengukuran dilakukan harus dikondisikan pada 25 °C. Suhu ruang dan lingkungan di sekitarnya sangat berpengaruh terhadap hasil analisis pengukuran. Semakin tinggi suhu maka kecepatan gerakan partikel akan semakin tinggi. Hal ini dapat mempengaruhi nilai frekuensi yang terdeteksi oleh fotodetektor [10].

## 5. KESIMPULAN.

Berdasarkan hasil verifikasi menggunakan standar PSL 102 nm, pada cara pengoperasian manual dengan bentuk distribusi *sharp* dan pengenceran 200 kali diperoleh nilai ukuran partikel  $102 \pm 2,78$  nm dengan nilai akurasi 99,92% dan presisi 97,27%. Selanjutnya metode ini dapat digunakan dalam prosedur verifikasi berikutnya untuk keperluan data laboratorium.

## 6. DAFTAR PUSTAKA

1. **NURUL TAUFUQU ROCHMAN, JUMARMAN.** Peluang dan Strategi Pengembangan Nanoteknologi di Indonesia. Jurnal Riset Industri volume 2, No.1, Juni 2008: 56-63.
2. **SNI ISO/IEC 17025:2008.** Persyaratan umum kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi. Badan Standarisasi Nasional.
3. **ANDI SUHANDI.** Kecil itu indah: Menerjemahkan “Nano” ke dalam praktik [online]. April 2005 [cited 5 Mei 2013]; Available from: <http://www.nano.lipi.go.id>.
4. **SETYO PURWANTO.** Nanoteknologi: harapan Masa Depan Industri Nasional, PTBIN-BATAN.
5. **ANONIMOUS.** Manual Book LB-550 Dynamic Light Scattering. HORIBA.
6. **WISJACHUDIN FAISAL, ELIN NURAINI.** Validasi Metode AANC

- Untuk Unsur Mn, Mg, dan Cr pada Cuplikan Sedimen di Sungai Gajahwong. Jurnal Iptek Nuklir Ganendra Vol 13 No. 1, Januari 2010: 27-36.
7. **C. MILLER AND J.N MILLER.** Statistic for Analitical Chemistry, Ellis Harwood Limited, First publised, (1984).
  8. **ANONIMOUS.** LB-550 Dinamic Light Scattering Technique [online].2009 [cited 1 Mei 2013]; Available from: <http://www.horibalab.com>.
  9. **ANONIMOUS.** Cara Mengetahui Ukuran Partikel [online].2011 [cited 1 Mei 2013]; Available from: <http://www.nanotech.co.id>.
  10. **SUSASTYO.** Skripsi Sarjana, Jurusan Teknik Fisika, Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya, Indonesia (2010).

## **DISKUSI**

### **Azmairit Aziz**

Berapa rentang ukurannya? Untuk mikro?

### **Witri Nuraeni**

1 nano sampai 6 mikro. Untuk ukuran mikro dilakukan pengukuran ulang.