

ANALISIS AKTIVASI NEUTRON INSTRUMENTAL TERHADAP PARTIKULAT BUANGAN KENDARAAN BERMOTOR

Rukihati^(*), Saeful Yusuf^(*), Ruska Prima P.^(*), Arlinah K.^(**)
^{*}Pusat Penelitian Sains Materi - Badan Tenaga Atom Nasional
^{**}Pusat Reaktor Serba Guna - Badan Tenaga Atom Nasional

ABSTRAK

ANALISIS AKTIVASI NEUTRON INSTRUMENTAL TERHADAP PARTIKULAT BUANGAN KENDARAAN BERMOTOR. Telah dilakukan analisis partikulat buangan kendaraan bermotor (Vehicle exhaust particulates) CRM No. 8 NIES dari Jepang dengan menggunakan analisis aktivasi neutron instrumental (INAA = Instrumental Neutron Activation Analysis) yang tersedia di fasilitas Reaktor Serba Guna RSG G.A. Siwabessy, Serpong - Tangerang. Metode analisis ini sangat peka dan cukup akurat. Untuk kebanyakan unsur dapat dianalisis pada tingkat mikrogram hingga nanogram. Tidak kurang dari 20 unsur telah dianalisis, yaitu unsur-unsur: Al, As, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, La, Mg, Mn, Na, Sb, Sm, Th, V dan Zn. Penyinaran dengan neutron pada fluks 2×10^{13} neutron cm^{-2} detik⁻², waktu penyinaran 1 dan 30 menit, sedangkan waktu pendinginan selama 10 menit, satu minggu dan dua minggu bergantung unsur yang ditentukan. Pencacahan radionuklida menggunakan detektor HPGe yang dirangkai dengan multi channel analyzer Nuclear Data, dan data diolah menggunakan Software Accuspec. Untuk meyakinkan akurasi/ketepatan, digunakan standard reference materials SRM 2704 NBS/NIST sebagai kontrol pada setiap penyinaran cuplikan. Hasil analisis menunjukkan bahwa harga hasil pengukuran dengan harga sertifikat berbeda kurang dari 10 % kecuali untuk unsur Ce.

ABSTRACT

INSTRUMENTAL NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS OF VEHICLE EXHAUST PARTICULATES. Instrumental neutron activation analysis (INAA) has been used to analyze vehicle exhaust particulates NIES CRM No. 8 sample at the MPR G.A. Siwabessy Research Reactor. INAA is an accurate and sensitive method using minimal sample preparation. For many elements could be determined at the nanogram to microgram level. The elements Al, As, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, La, Mg, Mn, Na, Sb, Sm, Th, V and Zn has been determined by this method. Sample were irradiated for 1 to 30 minutes in a neutron flux of approximately 2×10^{13} n.cm⁻².S⁻¹, cooling time for 10 minutes it depends of the element to be determined. To ensure that elemental analysis are accurate, the standard reference materials of NBS/NIST, SRM 2704 used to provide analytical control. It was found that the accuracy for those elements was less than 10% except for Ce.

PENDAHULUAN

Analisis unsur yang terkandung di dalam cuplikan lingkungan, terutama analisis partikulat udara memerlukan metode yang peka (sensitive) dan teliti (precise) mengingat bervariasinya kandungan unsur dalam cuplikan lingkungan tersebut yang umumnya berada pada tingkat konsentrasi ppm (10^{-4} % = part per million) hingga ppb (10^{-7} % = part per billion).

Menjelang tahun 1970-an analisis cuplikan lingkungan partikulat udara dilakukan menggunakan metode spektrografi emisi [1]. Metode analisis ini memerlukan operator terlatih, ketelitian yang tidak terlalu tinggi, dan untuk beberapa unsur seringkali diperoleh cacah latar (background) yang tinggi [2].

Analisis teknik nuklir terhadap cuplikan lingkungan partikulat udara pertama kali dikembangkan oleh DAMS dkk. [2] dan ZOLLER dkk. [3] dalam tahun 1970. Dengan memanfaatkan fluks neutron yang tinggi dari reaktor nuklir serta pencacahan radionuklida (hasil penyinaran) dengan detektor resolusi tinggi, metoda analisis ini semakin berkembang dan telah banyak digunakan [4-9].

Dalam makalah ini disajikan analisis aktivasi neutron instrumental terhadap 20 unsur yang terkandung dalam partikulat kendaraan bermotor (Vehicle exhaust particulates). Cuplikan yang dianalisis adalah CRM No. 8 NIES dari Jepang; analisis teknik nuklir ini dilaksanakan dalam rangka analisis interkomparasi terhadap cuplikan lingkungan partikulat udara yang di-

prakarsai oleh BATAN-STA Jepang. Fasilitas penyinaran neutron adalah Reaktor Serba Guna RSG G.A. Siwabessy dengan fluks neutron termal 2×10^{13} neutron cm^{-2} detik $^{-1}$.

TATAKERJA

Bahan

- Larutan standar Al, As, Ca, Cd, Ce, Cl, Co, Cr, Cs, Cu, Fe, La, Mg, Mn, Na, Sb, Sm, Th, V dan Zn, konsentrasi masing-masing unsur 1000 $\mu\text{g/ml}$ dari SPEX Ind. Kuantitas masing-masing unsur yang diaktivasi dicantumkan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Kuantitas unsur standar dalam vial sebelum penyinaran dengan neutron

No.	Unsur	Kuantitas/vial, μg
1	Al	45
2	As	2
3	Ca	250
4	Cd	5
5	Ce	0,5
6	Cl	50
7	Co	0,5
8	Cr	5
9	Cs	5
10	Cu	5
11	Fe	100
12	La	0,5
13	Mg	25
14	Mn	2,5
15	Na	250
16	Sb	2
17	Sm	0,05
18	Th	5
19	V	12,5
20	Zn	100

- SRM - 2704 dari NBS/NIST USA
- Cuplikan partikulat kendaraan bermotor, CRM No. 8 NIES dari Jepang.
- Vial polietilen sebagai wadah cuplikan untuk penyinaran dengan neutron, diameter = 1 cm, tinggi 2cm.
- Pipet mikro Eppendorf
- Aluminium lembaran untuk pembungkus vial yang akan disinari neutron.

Peralatan

- Fasilitas penyinaran neutron sistem rabbit RSG G.A. Siwabessy, fluks neutron termal 2×10^{13} n.cm $^{-2}$.det $^{-1}$.

- Spektrometer γ Nuclear Data, efisiensi relatif 18 %, FWHM 0,93 keV pada tenaga 122 keV dari Co-57 dan 1,83 keV pada puncak 1332 keV dari Co-60 serta Accuspec card dan software program ASAP untuk analisis spektrum.

- Pengering lampu infra merah.
- Peralatan laboratorium : timbangan elektronik dan peralatan dari gelas/teflon.

Preparasi standar dan cuplikan

- Sebanyak 50 mg SRM-2704 dimasukkan ke dalam vial polietilen (sebagai kontrol).
- Sebanyak 200 mg CRM No. 8 NIES Japan dimasukkan ke dalam vial polietilen (sebagai cuplikan).
- Standar pembanding dibuat dengan meneteskan sejumlah larutan standar SPEX Inc. ke dalam vial polietilen, kemudian dikeringkan di bawah lampu infra merah. Kuantitas unsur standar sebelum penyinaran dengan neutron dapat dilihat pada Tabel 1.

Fasilitas penyinaran

- Reaktor Serba Guna, RSG G.A. Siwabessy, fluks neutron termal 2×10^{13} neutron cm^{-2} detik $^{-1}$ daya 20 MW.
- Waktu penyinaran, waktu pendinginan dan waktu pencacahan serta spesifikasi isotop yang ditentukan dapat dilihat pada Tabel 2.
- Penyinaran setiap cuplikan dilakukan 5 x ulangan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam Tabel 3 disajikan hasil analisis cuplikan lingkungan partikulat buangan kendaraan bermotor CRM No. 8 NIES, dan sebagai kontrol adalah hasil analisis SRM-2704 NBS/NIST; sebagai pembanding adalah standar unsur yang dibuat dengan kuantitas masing-masing unsur tertera dalam Tabel 2.

Dari Tabel 3 dapat dilihat bahwa unsur-unsur yang setelah penyinaran dengan neutron menghasilkan radionuklida berwaktu paro pendek ($T^{1/2}$ pendek), yaitu $T^{1/2}$ berkisar antara 2 - 40 menit untuk unsur-unsur : Al, Ca, Cu, Cl, Mg dan V tidak menghasilkan harga analisis yang baik karena spektra $E \gamma$ nuklida dari unsur tersebut umumnya tidak muncul (tm). Seyogyanya unsur-unsur tersebut dianalisis dengan menggunakan fasilitas reaktor yang mempunyai fluks neutron $<10^{13}$ neutron cm^{-2} detik $^{-1}$ sehingga waktu penyinaran cukup lama (>60 detik), dengan demikian aktivitas yang terukur akan memenuhi statistik pencacahan. Bila dilihat hasil analisis SRM-2704, diperoleh

Tabel 2. Spesifikasi nuklir * dan waktu penyinaran, pendinginan dan waktu pencacahan isotop-isotop yang ditentukan

No.	Unsur	Isotop	Waktu paro	T ₁	T ₂	T ₃	E _γ (keV)
1	Al	Al-28	2,31 menit	60 detik	10 menit	10 menit	1778,9
2	As	As-76	26,3 jam	20 menit	1 minggu	30 menit	657,0
3	Ca	Ca-49	8,8 menit	60 detik	10 menit	10 menit	3083,0
4	Cd	Cd-115	53,46 jam	20 menit	1 - 2 minggu	30 menit	527,91
5	Ce	Ce-141	32,5 hari	20 menit		30 menit	145,4
6	Cl	Cl-38	37,3 menit	60 detik	10 menit	10 menit	1642,0
7	Co	Co-60	5,2 tahun	20 menit	1 - 2 minggu	30 menit	2166,8
8	Cr	Cr-51	27,8 hari	20 menit	1 - 2 minggu	30 menit	1173,1
9	Cs	Cs-134	2,06 tahun	20 menit	1 - 2 minggu	30 menit	1332,4
10	Cu	Cu-66	5,1 menit	60 detik	10 menit	10 menit	320,0
11	Fe	Fe-59	45,1 hari	30 menit	1 - 2 minggu	30 menit	795,85
12	La	La-140	40,3 jam	30 menit	1 - 2 minggu	30 menit	1039,0
13	Mg	Mg-27	9,45 menit	60 detik	10 menit	10 menit	1098,6
14	Mn	Mn-56	2,58 jam	60 detik	10 menit	10 menit	1291,5
15	Na	Na-24	15 jam	30 menit	1 minggu	30 menit	486,8
16	Sb	Sb-122	2,75 hari	30 menit	1 - 2 minggu	30 menit	1595,4
17	Sm	Sm-153	47,1 jam	30 menit	1 - 2 minggu	30 menit	1014,1
18	Th	Pa-233	27,0 hari	30 menit	1 - 2 minggu	30 menit	846,9
19	V	V-52	3,76 menit	60 menit	10 menit	10 menit	1810,7
20	Zn	Zn-65	245 hari	30 menit	1 - 2 minggu	30 menit	1368,4

Keterangan:

*Cuplikan dari IAEA-TECDOC-564, Vienna, 1990.

T₁ = Waktu penyinaran

T₂ = Waktu pendinginan

T₃ = Waktu pencacahan

penyimpangan berkisar dari 0,7 - 7% kecuali penyimpangan unsur Ce lebih dari 10%. Ketidaktepatan ini mungkin disebabkan oleh data analisis yang tidak memenuhi statistik karena dari 5 x penyinaran hanya ada satu penyinaran yang memunculkan spektrum E_γ-nya. Pada Gambar 1,2 dan 3 dapat dilihat spektrum γ masing-masing berasal dari cuplikan SRM-PP 2704 NBS/NIST, cuplikan standar tetes dan cuplikan CRM No. 8 NIES.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis terhadap partikulat buangan kendaraan bermotor CRM No. 8 NIES Japan dengan menggunakan pemban-

ding unsur-unsur standar SPEX yang didepositkan ke dalam vial, beberapa hal dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Untuk unsur-unsur yang setelah penyinaran dengan neutron menghasilkan radionuklida berwaktu paro pendek (T_{1/2} 50 menit), yaitu unsur-unsur : Al, Ca, Cu, Cl, Mg dan V menghasilkan data analisis yang kurang baik dengan menggunakan fasilitas RSG G.A. Siwabessy pada fluks neutron 10¹³ neutron cm⁻² detik⁻¹.
2. Untuk unsur-unsur yang setelah penyinaran dengan neutron menghasilkan radionuklida berwaktu paruh panjang (T_{1/2} dalam orde hari hingga tahun) metode ini cukup baik

Tabel 3. Hasil analisis aktivasi neutron instrumental terhadap cuplikan CRM No. 8 NIES Japan, dan SRM - 2704 NBS/NIST USA

No.	Unsur	CRM No. 8 NIES Japan		SRM - 2704 NBS/NIST		
		Harga sertifikat (ppm)	Hasil pengukuran (ppm)	Harga sertifikat (ppm)	Hasil pengukuran (ppm)	Penyimpangan * (%)
1	Al	0,33 ± 0,02	tm	6,11 ± 0,16	tm	-
2	As	2,6 ± 0,2	2,98 ± 0,19	23,4 ± 0,8	24,91 ± 0,04	6,47
3	Ca	0,53 ± 0,02	tm	2,60 ± 0,03	tm	-
4	Cd	1,1 ± 0,1	tm	3,45 ± 0,22	tm	-
5	Ce	3,1	3,67 ± 0,22	(72)	81,46	13,14
6	Cl	-	tm	-	tm	-
7	Co	3,3 ± 0,3	2,88 ± 0,13	14,0 ± 0,6	13,55 ± 0,55	3,21
8	Cr	25,5 ± 1,5	25,37 ± 0,40	135 ± 5	136,61 ± 8,93	1,19
9	Cs	0,24	tm	(6)	tm	-
10	Cu	67 ± 3	tm	98,6 ± 5,0	tm	-
11	Fe,%	-	0,55 ± 0,10	4,11 ± 0,10	4,12 ± 0,18	0,24
12	La	1,2	1,24 ± 0,07	(29)	29,81 ± 0,87	2,80
13	Mg	0,101 ± 0,00	tm	1,20 ± 0,02	tm	-
14	Mn	-	67,47 ± 2,97	555 ± 19	583,09 ± 3,53	5,06
15	Na,%	0,192 ± 0,00	-	0,547 ± 0,014	0,510 ± 0,062	6,76
16	Sb	6,0 ± 0,4	6,09 ± 0,16	3,79 ± 0,15	3,76 ± 0,56	0,58
17	Sm	0,20	0,2 ± 0,01	(6,7)	6,99 ± 0,32	4,33
18	Th	0,35	0,47	(9,2)	tm	-
19	V	17,0 ± 2	tm	95 ± 4	91,22	3,98
20	Zn,%	0,104 ± 0,005	0,097 ± 0,003	438 ± 12	435 ± 13	0,68

Keterangan :

tm = spektra E γ dari isotop yang dianalisis tidak muncul

$$\text{Penyimpangan (\%)} = \frac{|\text{harga sertifikat} - \text{harga pengukuran}|}{|\text{harga sertifikat}|} \times 100\%$$

dan dapat digunakan untuk keperluan analisis rutin, analisis cuplikan partikulat udara (air particulate matter).

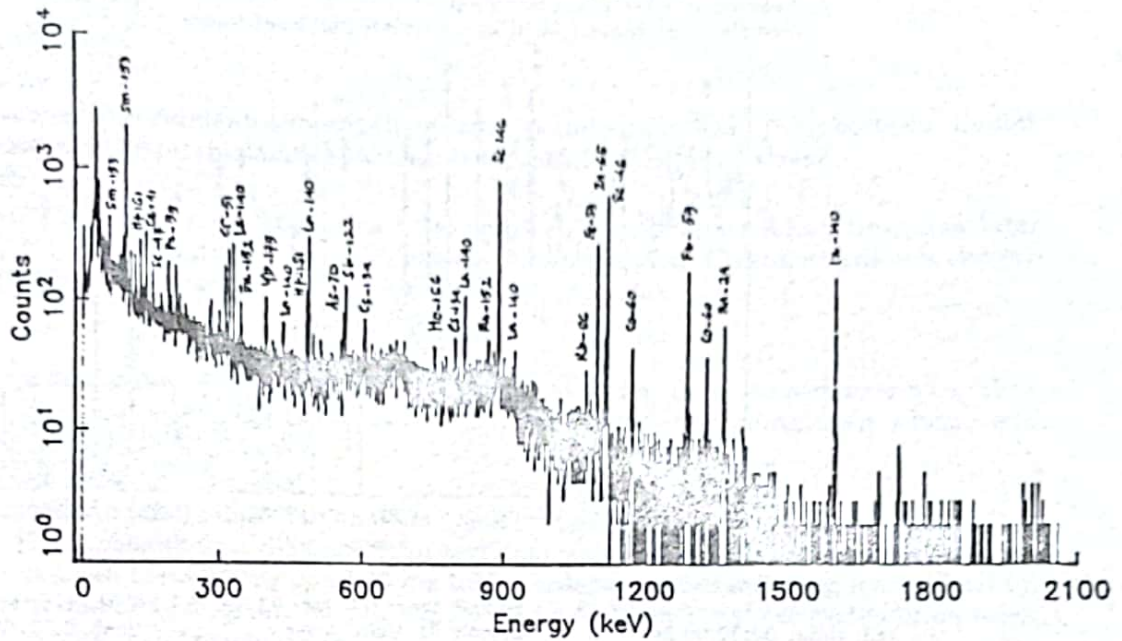
3. Dengan metode analisis ini diperoleh penyimpangan harga hasil pengukuran terhadap harga sertifikat NBS/NIST, SRM- 2704 untuk unsur : As, Co, Cr, Fe, La, Mn, Na, Sb, Sm, V dan Zn berkisar antara (0,24 - 6,76) % dan untuk Ce diperoleh penyimpangan 13,14%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Dengan terbentuknya kerjasama Asia - Pasifik dalam bidang pemanfaatan reaktor riset

yang diprakarsai BATAN - STA Jepang, sehingga mengaktifkan kelompok Analisis Aktivasi Neutron (NAA), untuk itu penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Prof. DR. Marsongkohadi Kepala PPSM - BATAN. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada Saudara R. Eddy Yuliantono atas bantuannya dalam persiapan standar dan cuplikan, serta kepada staf PRSG G.A. Siwabessy yang telah membantu penyinaran dengan neutron. Ucapan yang sama penulis sampaikan kepada Saudari Nenny G atas bantuannya sehingga tulisan ini dapat disajikan.

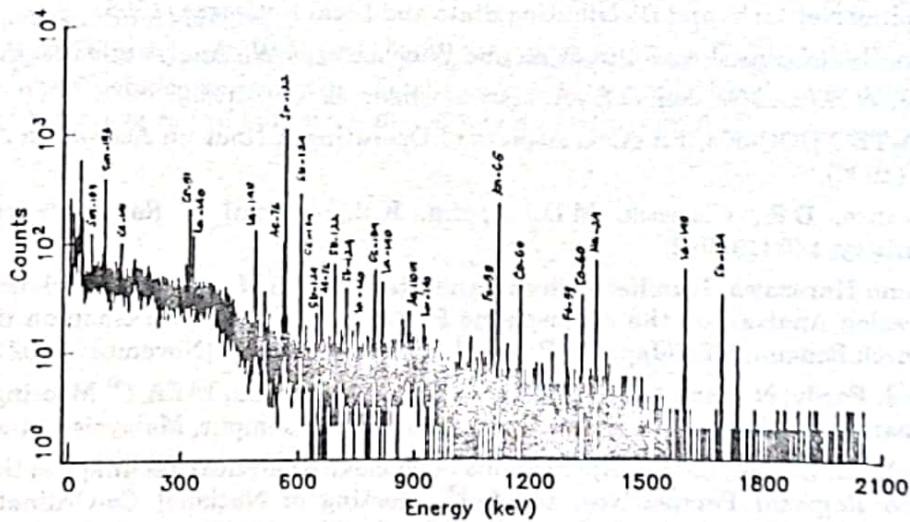
Spectrum: c:\mca1\srjep02.dat
Sample Title: Analisis Multi Unsur Dalam Partikulat Udara



Start time: 02-Jun-93 10:50	Sample time: 02-Apr-93 19:30	FWHM Parameters:
Real time: 00:30:09.79	Sample ID: Multi Unsur	Offset: 0.781694
Live time: 00:30:00.00	Sample type: Charcoal	Slope: 0.014031

Gambar 1. Spektrum γ SRM-2704 NBS/NIST

Spectrum: c:\mca1\stjep02.dat
Sample Title: Analisis Multi Unsur Dalam Partikulat Udara



Start time: 02-Jun-93 10:19	Sample time: 02-Apr-93 19:30	FWHM Parameters:
Real time: 00:30:04.47	Sample ID: Multi Unsur	Offset: 0.781694
Live time: 00:30:00.00	Sample type: Charcoal	Slope: 0.014031

Gambar 2. Spektrum γ standar tetes

DISKUSI

Indro Yuwono:

Perbedaan standar dan cuplikan kemungkinan dapat memberikan hasil yang berbeda. Contoh dalam sertifikat muncul tetapi dalam analitis tidak muncul. Mohon penjelasan.

Saeful Yusuf:

Isotop dengan $T_{1/2}$ pendek, spektrumnya tidak muncul. Hal ini disebabkan tingginya latar Compton dan Na-24 sehingga mengganggu puncak lainnya. Perlu dilakukan analisis dengan kondisi yang berbeda dari percobaan ini untuk isotop $T_{1/2}$ pendek.

Siti Amini:

Pada cara kerja dilakukan pengukuran standar SRM-2704 sebanyak 50 mg sedangkan cuplikan yang diukur 200 mg. Apakah sudah dilakukan koreksi terhadap kemungkinan adanya self absorption dari massa cuplikan?

Saeful Yusuf:

Pada uji pendahuluan telah dilakukan analisis unsur terhadap SRM-2704 dengan berat 50 mg dan 200 mg. Hasil pengukuran dibandingkan terhadap nilai sertifikat menunjukkan bahwa dengan menggunakan berat 50 mg dan 200 mg tidak terdapat perbedaan yang nyata. Dari uji pendahuluan ini bila dibandingkan dengan self absorption adalah bahwa self absorption tidak begitu mempengaruhi hasil pengukuran.

Wiwik S. Subowo:

1. Metode apakah yang digunakan dalam penentuan harga sertifikat?
2. Jika akurasi metode sertifikat dan metode NAA ini setara, metode mana yang lebih sederhana dan lebih murah?

Saeful Yusuf:

1. Metode yang digunakan untuk penentuan harga sertifikat diantaranya metode AAS, kromatografi ion, ICPMS, elektrokimia, NAA dan lain-lain. Hasil analisis dari berbagai laboratorium dan metode dibandingkan satu sama lain dan digabung. Melalui perhitungan statistik ditampilkan sebagai nilai sertifikat.
2. Metode yang digunakan tergantung fasilitas yang ada dan ketelitian yang diinginkan, misalnya bila diinginkan metode yang cepat dan ketelitian/ketepatan tinggi kita bisa menggunakan ICPMS, tetapi harganya relatif jauh lebih mahal bila dibandingkan AAS.