

PENGUJIAN KEABSAHAN HASIL ANALISIS AKTIVASI NEUTRON  
DENGAN BAHAN ACUAN STANDAR  
Th. Rina M, Sri Wardani \*)

ABSTRAK

PENGUJIAN KEABSAHAN HASIL ANALISIS AKTIVASI NEUTRON (AAN) DENGAN BAHAN ACUAN STANDAR. Untuk menjamin keabsahan data uji hasil pengujian dengan metode AAN, perlu dilakukan pengujian keabsahan dengan menganalisis bahan acuan standar dan membandingkan hasil uji terkait terhadap sertifikat. Telah dilakukan penelitian pengujian bahan standar acuan CRM No. 8 (*Vehicle Exhaust Particulates*) dan SRM 1646a (*Estuari Sediment*) dengan metode AAN di P2TRR. Penelitian dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui tingkat validitas hasil analisis yang dilakukan di laboratorium AAN P2TRR.. Hasil pengujian menunjukkan bahwa pada cuplikan CRM No.8 dapat dianalisis 19 dari 30 unsur yang tersertifikasi, sedangkan pada cuplikan SRM 1646a dapat dianalisis 21 unsur dari 39 unsur yang tersertifikasi. Hasil analisis kuantitatif memberikan hasil perbedaan relatif terhadap nilai sertifikat setiap unsur berbeda yaitu berkisar antara 2 – 15%.

ABSTRACT

*VALIDATION TEST FOR THE RESULT OF NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS WITH STANDARD REFERENCE MATERIAL. The validity test with standard reference material is necessary to ensure the result analysis of samples. The analysis of CRM No.8 (Vehicle Exhaust Particulates) and SRM 1646a (Estuari Sediment) has been done in P2TRR. These analysis is intended to validate the analysis result done in NAA laboratory of P2TRR. For the CRM No. 8, is elements of the 30 certified elements were successfully analyzed. Meanwhile, for SRM 1646a, 21 elements of the 39 certified elements were completely investigated. The quantitative analysis showed the relative difference of 2% - 15% comparated to the cerificate.*

*Kata Kunci : Keabsahan, bahan acuan standar*

\*) Peneliti BPTR-P2TRR BATAN

## PENDAHULUAN

Reaktor Serba Guna GA. Siwabessy (RSG-GAS) adalah reaktor riset dengan daya termal maksimum 30 MW dan mempunyai fluks neutron rata-rata  $10^{14}$  n/cm<sup>2</sup>.det yang berasal dari reaksi fisi. Untuk keperluan penelitian, reaktor ini dilengkapi dengan fasilitas iradiasi, baik yang berada di teras reaktor maupun diluar teras. Fasilitas iradiasi sistem rabbit yang terdiri atas sistem rabbit hidrolis dan pneumatik diantaranya digunakan untuk penelitian uji material. Pada fasilitas ini semua cuplikan yang mengandung unsur-unsur stabil (tidak aktif) diiradiasi sehingga berubah menjadi unsur radioaktif yang memancarkan radiasi gamma. Energi dan intensitas dari tiap sinar gamma yang dipancarkan dapat diukur dengan spektrometer gamma. Berdasarkan energi sinar gamma yang dipancarkan dapat dilakukan analisis kualitatif, sementara analisis kuantitatif dilakukan berdasarkan intensitas sinar gamma terukur.

Laboratorium Analisis Aktivasi Neutron (AAN) merupakan laboratorium pengujian yang memanfaatkan fasilitas nuklir. Tersedianya sumber neutron dengan fluks yang tinggi, sistem deteksi dan analisis radiasi dengan kinerja tinggi serta fasilitas pendukung lainnya, membuat AAN menjadi salah satu metode analisis yang handal dengan sensitivitas, presisi dan akurasi tinggi. Aplikasi metode AAN telah banyak diterapkan untuk analisis di berbagai bidang ilmu pengetahuan seperti biologi, geologi, kesehatan, lingkungan dll. Di P2TRR- BATAN telah dikembangkan pula metode ini, dan saat ini sedang dipersiapkan untuk menuju akreditasi sebagai laboratorium penguji.

Agar suatu pengukuran dapat dilakukan dengan baik dan benar sehingga memberikan hasil pengukuran yang konsisten dan dapat dibandingkan dengan hasil pengukuran yang sama terhadap suatu instrumen atau alat uji, dapat digunakan bahan acuan standar. Bahan acuan standar ini digunakan untuk menjamin keabsahan (validitas) data uji dari produk yang diujinya<sup>(1)</sup>.

Untuk menguji kehandalan (validitas) metode AAN komparatif di laboratorium AAN- P2TRR sebagai salah satu metode analisis yang memiliki tingkat akurasi yang baik, maka perlu dilakukan pengujian. Salah satu cara yaitu dengan melakukan analisis terhadap bahan acuan standar/bersertifikat (SRM, CRM) yang sesuai yaitu memiliki komposisi matriks yang sama dengan bahan yang akan diuji dan membandingkan hasil uji terkait terhadap hasil uji bahan acuan tersebut (sertifikat). Hasil pengujian metode dikatakan bagus apabila nilai perbedaan relatif hasil pengujian terhadap nilai yang tercantum dalam sertifikat dibawah 15%<sup>(2)</sup>.

## TEORI

### Ketertelusuran Pengukuran

Konsep mampu-telusur memberikan jaminan agar suatu pengukuran dapat dibandingkan dengan berbagai laboratorium, yang berarti bahwa hasil pengujian tidak dipengaruhi oleh lokasi laboratorium. Bila kondisi mampu-telusur pengukuran ke Satuan Internasional tidak mungkin dan/atau tidak relevan, pengujian harus

memberikan kepercayaan pada pengukuran dengan menetapkan ketertelusuran ke standar-standar pengukuran yang sesuai seperti<sup>(3)</sup> :

- penggunaan bahan acuan bersertifikat yang disediakan oleh pemasok yang kompeten untuk memberikan karakteristik fisis dan kimia yang andal dari suatu bahan.
- penggunaan metode dan/atau standar konsensus tertentu yang secara jelas diuraikan dan disepakati oleh semua pihak yang berkepentingan.

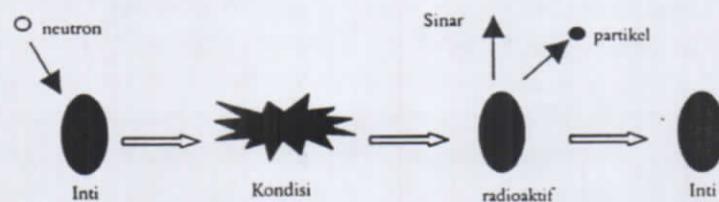
Jadi penetapan sifat mampu-telusur pada pengujian dengan AAN menggunakan bahan acuan standar atau bahan acuan bersertifikat. Bahan acuan bersertifikat adalah suatu bahan acuan/pembanding yang satu atau lebih sifat-sifatnya diberi sertifikat dengan prosedur teknis yang baku, disertai dokumen lengkap sehingga dapat ditelusuri ke sertifikat atau dokumen lain yang diterbitkan oleh suatu badan sertifikasi<sup>(4)</sup>.

#### Bahan Acuan Standar

Bahan pembanding yang tepat akan menjamin keabsahan serta keterulangan hasil pengujian yang baik, sebaliknya penggunaan bahan pembanding yang tidak sesuai akan menyebabkan pengambilan keputusan hasil pengujian yang tidak absah atau menyimpang dari hasil pengujian yang sesungguhnya. Salah satu hal yang perlu diperhatikan bahwa bahan pembanding yang digunakan harus memiliki komposisi matriks yang serupa dengan contoh uji yang akan dihadapi, terutama apabila komposisi itu berpengaruh terhadap ketelitian hasil uji. Biasanya kesulitan yang sering muncul adalah pada pengadaan bahan pembanding tersebut. Bahan acuan standar yang tersedia saat ini banyak sekali jenisnya dan pemakaiannya disesuaikan dengan kebutuhan yaitu harus ada kesesuaian dalam komposisi matriks antara contoh uji dengan bahan standar yang akan digunakan. Misal untuk analisis cuplikan partikulat udara, tersedia CRM No.8 *Vehicle Exhaust Partikulat*

#### Prinsip Dasar Metode AAN

Pengertian Aktivasi adalah proses eksitasi dari nuklida stabil menjadi nuklida aktif atau nuklida radioaktif. Proses dapat terjadi bila nuklida dalam sampel ditembak dengan neutron thermal dalam reaktor nuklir. Setelah ditembak, nuklida berubah menjadi radioaktif dalam keadaan tereksitasi dan secara spontan memancarkan sinar gamma cepat. Jumlah radionuklida yang terbentuk bergantung pada jumlah inti target yang diaktivasi, jumlah neutron danampang lintang yang menunjukkan probabilitas terjadinya aktivasi. Radionuklida yang terbentuk akan meluruh bergantung pada waktu paruhnya menjadi nuklida yang stabil dengan memancarkan paparan radiasi dan sinar gamma.

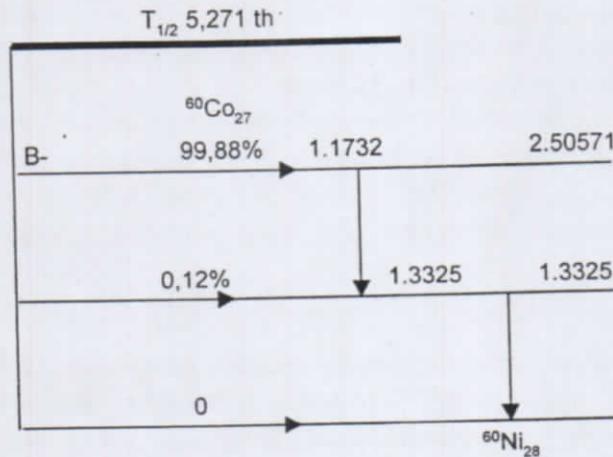


Gambar 1. Prinsip dasar analisis aktivasi neutron<sup>[5]</sup>

Proses diatas disebut dengan reaksi (n, γ). Sebagai contoh adalah proses aktivasi unsur cobalt. Reaksi aktivasinya dapat dituliskan sebagai berikut :



dan skema peluruhannya dapat digambarkan sebagai berikut :



Gambar 2. Skema peluruhan  $^{60}\text{Co}$  [6]

Berkas neutron dari teras reaktor yang digunakan untuk AAN mempunyai rentang energi yang luas. Rentang energi neutron meliputi; neutron cepat :  $0,1 \text{ MeV} < E < 20 \text{ MeV}$ ; epithermal :  $1 \text{ eV} < E < 0,1 \text{ MeV}$  ; dan neutron thermal :  $E < 1 \text{ eV}$ . [7] Dengan menggunakan filter yang sesuai, maka cuplikan dapat diiradiasi dengan neutron yang mempunyai energi tertentu.

Inti atom dalam suatu cuplikan yang diiradiasi akan bereaksi dengan neutron sehingga terjadi aktivasi dan menghasilkan suatu radionuklida. Radionuklida yang terbentuk dapat memancarkan sinar β dan juga sinar-γ yang memiliki tenaga spesifik dan mencirikan nuklida pemancarnya. Aktivitas dari sinar-γ yang dihasilkan akan sebanding dengan jumlah radionuklida yang terbentuk.

Untuk meningkatkan nilai aktivitas dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu : memperpanjang waktu iradiasi, menambah densitas fluks neutron, dan menambah berat cuplikan. Pada penambahan berat cuplikan, harus diperhatikan tentang keseragaman fluks neutron, faktor perisai diri pada waktu iradiasi dan kondisi kapsul iradiasi. Penambahan rapat fluks akan memerlukan fasilitas iradiasi yang sesuai.

Jumlah radionuklida yang terbentuk akan tergantung dengan kelimpahan isotop alamiahnya, serta sebanding pula dengan masa unsur yang ada di dalam target tersebut. Dengan melakukan pengukuran terhadap energi sinar-γ yang terbentuk maka dapat ditetapkan unsur yang terkandung di dalam cuplikan. Jika setiap aktivitas energi-γ ini sebanding dengan massa unsur di dalam cuplikan, maka bila dilakukan pengukuran terhadap setiap aktivitas sinar-γ dapat ditetapkan jumlah unsur tersebut.

Untuk pencacahan dilakukan dengan menggunakan perangkat spektrometer gamma yang terkalibrasi dengan baik. Radionuklida hasil aktivasi yang berumur pendek harus segera dicacah, sedangkan untuk radionuklida berumur paruh panjang

didinginkan terlebih dahulu beberapa waktu lamanya agar nuklida-nuklida umur paruh pendek yang tidak diperlukan meluruh terlebih dahulu sehingga tidak mengganggu dalam analisis data. Untuk cuplikan dengan aktivitas tinggi jarak cuplikan dengan detektor harus cukup jauh untuk mengurangi kesalahan-kesalahan yang mungkin dapat ditimbulkan. Lama waktu pengukuran diatur sehingga puncak-puncak spektrum yang terbentuk mempunyai jumlah cacah yang cukup.

Metode AAN dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif adalah untuk mengetahui unsur-unsur apa saja yang terkandung dalam cuplikan, sedangkan analisis kuantitatif untuk mengetahui kadar atau konsentrasi unsur-unsur tersebut dalam cuplikan. Analisis kuantitatif ini dilakukan setelah analisis kualitatif dilakukan. Untuk analisis kuantitatif dapat dilakukan dengan dua metode, yaitu metode mutlak dan metode komparatif (nisbi).<sup>[8]</sup> Pada penentuan secara mutlak lebih kompleks, karena ada beberapa sumber kesalahan yang mesti diperhitungkan, seperti pada penentuan kurva efisiensi dan fluks neutron. Untuk mengurangi sumber-sumber kesalahan tersebut pada perhitungan kuantitas unsur yang terkandung dalam suatu cuplikan dapat digunakan metode komparatif (nisbi). Pada metode ini bersamaan dengan cuplikan dipersiapkan unsur standar dengan jenis sama dengan unsur yang terkandung dalam cuplikan yang akan dianalisis dan kuantitasnya telah diketahui secara pasti. Kemudian diiradiasi secara bersamaan cuplikan yang akan dianalisis dan unsur standar pada posisi iradiasi dan waktu iradiasi yang sama. Akhirnya diukur dengan spektrometer gamma pada kondisi pencacahan yang sama pula. Jumlah unsur dalam cuplikan ditentukan dengan rumus sebagai berikut,

$$W_{\text{cuplikan}} = \frac{(cps)_{\text{cuplikan}}}{(cps)_{\text{standar}}} W_{\text{standar}} \quad (1)$$

dengan :

- $W_{\text{cuplikan}}$  : kadar unsur yang dicari dalam cuplikan yang dianalisis
- $W_{\text{standar}}$  : kadar unsur standar yang digunakan
- $Cps_{\text{cuplikan}}$  : laju cacah unsur yang diperhatikan dalam cuplikan
- $Cps_{\text{standar}}$  : laju cacah unsur standar

## METODOLOGI PENELITIAN

### Persiapan Cuplikan Bahan Acuan Standar

Cuplikan yang akan dianalisis adalah bahan acuan standar CRM No.8 *Vehicle Exhaust Particulates* dan CRM1646a *Estuari Sediment*. Dilakukan penimbangan cuplikan dengan berat antara 150-500 mg yang kemudian dibungkus dengan kantong polietilen rangkap dan diséal di kedua sisinya. Kantong polietilen sebelum digunakan dibersihkan terlebih dahulu, untuk menghindari kontaminasi dari pengotor. Untuk keperluan analisis kuantitatif digunakan metode komparatif, yaitu melalui perbandingan dengan unsur standar sejenis.

### Iradiasi

Cuplikan bahan acuan standar dan unsur-unsur standar dengan jenis sesuai dengan unsur yang terkandung dalam bahan acuan standar diiradiasi secara bersamaan pada posisi dan kondisi iradiasi sama. Cuplikan yang telah dibungkus kemudian dimasukkan ke dalam kapsul iradiasi dan siap diiradiasi di sistem rabbit. Waktu/lama iradiasi tergantung target radionuklida yang akan dianalisis. Untuk analisis unsur dengan waktu paro pendek lama iradiasi 1 menit, unsur dengan waktu paro sedang 15 menit, dan waktu iradiasi 1 jam untuk analisis unsur dengan umur paro panjang.

### Pencacahan

Untuk analisis unsur dengan waktu paruh pendek, cuplikan setelah diiradiasi langsung dicacah, sedangkan untuk unsur-unsur dengan waktu paruh sedang dan panjang, cuplikan pasca iradiasi terlebih dahulu didinginkan, baru kemudian dicacah dengan spektrometer sinar gamma.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis bahan acuan standar CRM No.8 dan SRM 1646a ditunjukkan pada Tabel 1 dan Tabel 2. Dari Tabel 1 dapat diketahui bahwa dari 30 unsur yang tersertifikasi dalam CRM No. 8 yang dapat dianalisis secara kualitatif adalah 19 unsur sedangkan sisanya tidak dapat dianalisis. Unsur-unsur yang tidak dapat dianalisis terutama unsur radionuklida hasil iradiasi dengan umur paro pendek seperti Al, Se dan Ag. Hal ini disebabkan karena tempat pencacahan letaknya relatif jauh dari lokasi sistem rabbit, sehingga banyak waktu yang terbuang untuk membawa cuplikan hasil pasca iradiasi ke ruang cacah yang tentunya akan mempengaruhi hasil pencacahan. Sedangkan pada analisis SRM 1646a, dari 39 unsur yang tersertifikasi, yang dapat dianalisis secara kualitatif baru 21 unsur.

Dari Tabel 2 dapat diketahui bahwa perbedaan relatif hasil analisis kuantitatif terhadap nilai yang tercantum dalam sertifikat tidak sama nilainya untuk setiap unsur, berkisar antara 2-15%. Untuk nilai perbedaan relatif dibawah 15%, dapat dikatakan masih cukup baik. Terlihat bahwa banyak unsur yang belum dapat dihitung nilai kuantitasnya. Hal ini disebabkan antara lain karena keterbatasan ketersediaan jenis unsur standar (pembanding) yang digunakan dan juga adanya hambatan dalam mengaktivasi unsur standar. Sebenarnya analisis kuantitatif bisa saja dilakukan secara absolut, tetapi ada kendala pada data nilai fluks neutron pada saat iradiasi dilakukan. Hal ini disebabkan karena pada penelitian ini tidak dilakukan monitoring fluks neutron, dan hal ini akan diperbaiki untuk penelitian yang akan datang.

Dengan membandingkan unsur-unsur yang diperoleh dan kuantitasnya dari hasil analisis dengan nilai yang tercantum dalam sertifikat maka dapat diketahui tingkat keabsahan hasil pengujian/analisis, tingkat akurasi metode dan peralatan yang digunakan dan kemampotelusuran suatu pengujian.

Tabel 1. Analisis kualitatif bahan standar acuan CRM No. 8 dan SRM 1646a

CRM No. 8		SRM 1646a	
Unsur NIES	Hasil Analisis	Unsur NIST	Hasil Analisis
Al		Al, Ag	
Ag		As	√
As	√	Ba	
Br	√	Be	
Ca		Ca	
Cd		Cd	√
Ce	√	Ce	√
Co	√	Co	√
Cr	√	Cu	
Cs	√	Fe	√
Cu		Ga	
Eu	√	La	√
K	√	Li	
La	√	Hg	√
Lu	√	Mg	√
Mg	√	Mo	
Mo	√	Nd	√
Na	√	Ni	
Ni		Na	√
P		Si	
Pb		Se	√
Rb		S	
Sb	√	K	√
Sc	√	Pb, P	
Se		Sr	√
Sm	√	Ta	√
Sr		Ti	√
Th	√	Th	√
V	√	U, Mn, Cu	
Zn	√	Sc	√
		V	√
		Zn	√
		Sb	√
		Cr	√

Tanda √ : berarti teridentifikasi

Tabel 2. Analisis kuantitatif bahan standar acuan CRM No.8 dan SRM 1646a.

CRM No. 8			SRM 1646a		
Unsur NIES	NIES ( $\mu\text{g/g}$ )	Hasil analisis (% beda relatif)	Unsur NIST	NIST (mg/kg)	Hasil analisis (% beda relatif)
As	$2,6 \pm 0,2$	2,84 (9,23%)	As	$6,23 \pm 0,21$	7,03 (12,84%)
Cr	$25,5 \pm 1,5$	27,68 (8,55%)	Cr	$40,9 \pm 1,9$	36,68 (10,32%)
V	$17 \pm 2$	16,27 (4,92%)	V	$44,84 \pm 0,76$	39,10 (12,80%)
Se	1,3	-	Se	$0,193 \pm 0,028$	0,204 (5,69%)
Sc	0,55	0,63 (14,54%)	Sc	5	5,45 (9,0%)
Co	$3,3 \pm 0,3$	3,323 (2,12%)	Co	5	4,87 (2,60%)
Na	$0,192 \pm 0,008^*$	0,198 (3,13%)	Na	$0,741 \pm 0,017^*$	0,847 (14,30%)
Mg	$0,101 \pm 0,008^*$	0,105 (3,96%)	Mg	$0,338 \pm 0,009^*$	0,348 (10,31%)
Cs	0,24	0,27 (12,5%)	Sb	0,3	0,319 (6,33%)
Sb	$6,0 \pm 0,4$	6,84 (14,0%)	Hg	0,04	0,035 (12,50%)
Zn	$0,104 \pm 0,005^*$	0,110 (5,76%)	Zn	$48,9 \pm 1,6$	44,36 (9,28%)
Sm	0,20	0,17 (15,0%)			
Mo	6,4	7,28 (13,75%)			

Tanda \*) berarti dalam prosen berat

## KESIMPULAN

Dari hasil pengujian/analisis terhadap bahan acuan standar yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa : hasil evaluasi tingkat akurasi metode AAN komparatif untuk beberapa unsur memberikan hasil yang baik yaitu perbedaan relative hasil penelitian terhadap nilai sertifikat tidak lebih dari 15%. Ini berarti bahwa untuk pengujian sampel-sampel lain yang memiliki matriks sejenis/hampir sama dengan matriks yang terdapat pada SRM 1646a *Vehicle Exhaust Particulates* dan CRM1646a *Estuari Sediment* akan dapat dilakukan dengan baik di Lab. AAN P2TRR.

## DAFTAR PUSTAKA

1. ATIH S HERMAN, Validasi Metode Pengujian, Lokakarya Laboratorium Penguji/Kalibrasi Menyongsong Perubahan ISO/IEC Guide 25 Menjadi Iso 17025, Bulan Mutu Produktivitas Nasional, 1998.
2. SRI WARDANI DKK, Evaluasi Presisi dan Akurasi Metode Analisis Aktivasi Neutron Pada Analisis Cuplikan Lingkungan, Prosiding Seminar Hasil Penelitian P2TRR Tahun 1999/2000.
3. DSN, Persyaratan Umum Kemampuan Laboratorium Kalibrasi dan Laboratorium Penguji, Pedoman 01-1991.
4. ANNY SULISTIOWATI, Bahan Acuan, Lokakarya Laboratorium Penguji/Kalibrasi Menyongsong Perubahan ISO/IEC Guide 25 Menjadi Iso 17025, Bulan Mutu Produktivitas Nasional, 1998.
5. KO NOGUCHI, Neutron Activation Analysis, Experiment Report No.7, Nu Tec, Tokyo, Agustus 14-18, 2000.
6. SUSAN J. PARRY, Activation Spectrometry in Chemical Analysis, John Wiley & Sons, Inc, Volume 119, 1991.
7. James J. Duderstadt DKK, Nuclear Reactor Analysis, John Wiley & Sons, 1976.
8. TH. RINA M DKK, Analisis Keandalan Laboratorium Analisis Aktivasi Neutron Dengan Metode Komparatif, Prosiding Seminar Hasil Penelitian P2TRR.