

**EVALUASI KINERJA FASILITAS IRADIASI SISTEM RABBIT
MENGUNAKAN BAHAN ACUAN STANDARD
DENGAN METODE AAN**

Elisabeth Ratnawati, Sunarko

ABSTRAK

EVALUASI KINERJA FASILITAS IRADIASI SISTEM RABBIT MENGGUNAKAN BAHAN ACUAN STANDARD DENGAN METODE AAN. Telah dilakukan evaluasi kinerja fasilitas iradiasi sistem rabbit menggunakan bahan acuan standard dengan metode analisis aktivasi neutron, setelah fasilitas tersebut digunakan selama dua puluh satu tahun. Bahan acuan yang digunakan adalah SRM 1633b *Coal Fly Ash* dengan tujuh kali pengulangan. Aktivasi dilakukan pada posisi RS-1 dengan waktu iradiasi selama 1 jam. Kriteria penerimaan hasil pengujian akurasi dan presisi ditentukan dalam dua persamaan dimana kedua persamaan tersebut melibatkan parameter-parameter nilai target, nilai analisis, nilai ketidakpastian pengukuran serta tetapan Horwitz. Hasil yang diperoleh secara kualitatif maupun kuantitatif adalah unsur Fe, Cr, As, Sb, Co, La, dan Sc. Dari beberapa unsur tersebut hanya Fe, Cr dan As yang tersertifikasi. Dari uji akurasi dan presisi kedua unsur dengan umur paruh panjang yaitu Fe dan Cr diperoleh hasil yang dapat diterima, sedangkan pada unsur As diperoleh hasil yang uji akurasi yang tidak dapat diterima (ditolak) namun dapat diterima pada uji presisi. Hal ini disebabkan karena As memiliki umur paruh medium, sedangkan pencacahan dilakukan setelah mengalami peluruhan selama satu minggu, sehingga faktor kesalahan pada pencacahan menjadi besar. Untuk unsur yang lain seperti Sb, Co, La dan Sc tidak tersertifikasi dan tidak memiliki nilai ketidakpastian pengukuran tetapi hanya sebagai informasi bahwa unsur tersebut terdapat dalam bahan acuan, sehingga ke empat unsur tersebut tidak dapat digunakan untuk uji akurasi maupun presisi.

Kata kunci : Bahan acuan standar, akurasi, presisi

ABSTRACT

SYSTEMS RABBIT IRRADIATION FACILITY PERFORMANCE EVALUATION BY USING STANDARD MATERIAL REFERENCE WITH NAA METHODE. Rabbit system irradiation facility performance evaluation using standard material reference has been done with neutron activation analysis, after this facility has been used for twenty one years. the material reference which is used is SRM 1633b *Coal Fly Ash*, the experiment has been repeated for seven times. this activation was done in RS-1 position, the irradiation time that has been used is one hour. the acceptance criteria for the result of accuration and precision test is defined from the two equation which involve these parameter such as: target value, analyse value, the uncertain measurement value and the Horwitz constant. the obtained qualitative and quantitative results are these elements: Fe, Cr, As, Sb, Co, La, and Sc. from some of those elements, only Fe, Cr and As that has been certificated. from the accuration and precision test of both element which has long half time that are Fe and Cr has been obtain the acceptable result, while for the Al element has been obtained an unacceptable result (denied) for the accuration test, but for precision test it obtained an acceptable result. that matter is happened because As has medium half time. while the counting has been done after those elements

decreased for one week, so that the error factor for the counting become enormous. for the other elements such as Sb, Co, La, and Sc are uncertificated, and do not have uncertain measurement value but only for information that those elements are found in the target material, so that those four elements can not be used for accuration and precision test

Keywords: standard material reference, accurations, precision

PENDAHULUAN

Reaktor Serba Guna GA Siwabessy (RSG GAS) adalah reaktor riset dengan daya termal maksimum 30 MW. Reaktor ini dilengkapi dengan fasilitas iradiasi, baik yang berada di teras reaktor maupun di luar teras. Salah satu fasilitas iradiasi yang berada di teras reaktor adalah sistem rabbit. Fasilitas ini digunakan untuk iradiasi bahan untuk keperluan produksi isotop dan analisis bahan. Sistem rabbit terdiri dari 4 sistem dengan kecepatan normal (sistem hidrolik) dan 1 sistem dengan kecepatan tinggi (sistem pneumatik). Setelah digunakan selama dua puluh satu tahun maka perlu dilakukan evaluasi terhadap kinerja fasilitas tersebut. Hal ini dikarenakan kinerja sistem ini sangat menentukan pada analisis/ pengujian bahan dengan aktivasi neutron. Untuk mendapatkan hasil pengujian yang akurat dan memiliki reproduibilitas tinggi, maka perlu dilakukan penelitian tentang hubungan antara kemampuan fasilitas iradiasi sistem rabbit dengan hasil pengujian yang diperoleh. Penelitian ini dilakukan menggunakan sistim rabbit hidrolik dengan cara menguji bahan acuan standard (*Standard Reference Material*) yang dikeluarkan oleh *National Institute of Standards & Technology (NIST)*, sebagai dasar untuk mengetahui kinerja fasilitas iradiasi yang ada di RSG-GAS.

Penelitian ini hanya dilakukan pada satu posisi (RS-1), karena pada posisi tersebut iradiasi sampel sering dilakukan. Penelitian dilakukan dengan mengiradiasi sampel selama 1 jam dengan tujuh kali pengulangan. Hasil uji presisi dan akurasi tiap unsur akan dijadikan evaluasi apakah penentuan unsur dapat dilakukan dengan baik pada posisi ini

TEORI

Fasilitas Sistim Rabbit

Fasilitas sistim rabbit adalah fasilitas iradiasi untuk melakukan penelitian aktivasi neutron dan produksi radioisotop. Ada dua jenis sistem rabbit yaitu hidrolik dan pneumatik. Media pengangkut kapsul iradiasi pada sistem rabbit hidrolik adalah air sedangkan media pengangkut pada sistem rabbit pneumatik adalah gas nitrogen. Disamping sebagai media pengangkut, air dan gas ini berfungsi sebagai pendingin kapsul selama iradiasi berlangsung

Fasilitas sistem rabbit pada dasarnya terdiri atas:

- Stasiun iradiasi
- Tabung/pipa
- Stasiun pengiriman dan penerimaan
- Sistem proses
- Elektroteknikal, instrumentasi dan sistem control

Tabel 1. Rancangan dasar sistem rabbit

Deskripsi	Sistem rabbit hidrolik	Sistem rabbit pneumatik
Jumlah	4	1
Ukuran pipa transfer	Diameter dalam 36 mm	Diameter dalam 20 mm
Media pengangkut dan pendingin	air	Gas nitrogen
Material pipa transfer	Dalam kolam AlMg ₃ , luar kolam stainless steel	Dalam kolam AlMg ₃ , luar kolam stainless steel
Tekanan operasi	Tekanan sekeliling	1,5 bar
Kecepatan transfer	0,6 m/dt	10 m/dt
Material kapsul rabbit	Plastik, aluminium	plastik
Lama iradiasi minimum	0,2 dt	0,2 dt
Kecepatan pendingin sekeliling kapsul	Minimum 0,6 m/dt	Minimum 35 m/dt
Bahan diiradiasi	- kimia anorganik (KCl, KBr, dll) kimiaorganik(glikogen,polystyrene,dll) - Eksperimen physic (Gd+Eu, dll) - Biofisik (tiroid, Iodin, dll) - Kelautan (Mn, kerang, dll) - Teknologi semikonduktor (Ge, Si, dll) - material fisik (Co, Ni, Cd, dll) - Makanan	Aluminium Tembaga Perak Vanadium Chromium Samarium Gadolinium Cobalt Tallium
Ukuran sampel	Diameter 25 mm Panjang 96 mm	Bola s.d diameter 2 mm
Berat sampel	Maksimum 70 g	0,01 – 0,05 g
Ukuran kapsul	Diameter luar 33 mm Panjang 96 mm	Diameter luar 18 mm Panjang 46 mm
Berat sampel dan kapsul	Maksimum 100 g	Maksimum 10 g
Panas spesifik	15 W/g	5 W/g

Bahan acuan standar

Bahan acuan standar atau 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. Bahan pembanding yang tepat akan menjamin keabsahan hasil pengujian yang baik, sebaliknya penggunaan bahan pembanding yang tidak sesuai akan menyebabkan penyimpangan dari hasil pengujian yang sesungguhnya. Untuk ketelitian hasil uji, maka bahan pembanding yang akan digunakan harus memiliki

komposisi matriks yang serupa dengan contoh uji yang akan dihadapi.

Akurasi dan Presisi

Akurasi, presisi dan ketidakpastian hasil pengukuran merupakan parameter parameter yang saling berkaitan satu sama lain, yang digunakan sebagai indikator unjuk kerja suatu metode pengujian. Ketidakpastian pengukuran mempunyai kontribusi yang cukup besar dalam menentukan akurasi dan presisi. Akurasi dapat dinyatakan sebagai ukuran seberapa dekat nilai hasil ukur rata rata yang diperoleh dari sejumlah pengukuran berulang terhadap nilai sesungguhnya.

Presisi ditentukan melalui populasi data hasil pengukuran berulang. Indikator untuk presisi biasanya digunakan simpangan baku, yang menunjukkan variasi populasi data yang diperoleh. Makin rendah nilai simpangan baku, maka data yang diperoleh akan saling berdekatan, dan ini berarti presisi hasil pengukuran yang dilakukan adalah lebih baik.

Kriteria penerimaan untuk pengujian tingkat akurasi dan presisi dapat menggunakan persamaan sebagai berikut :

1. Akurasi hasil pengujian baik (lolos) apabila memenuhi persamaan berikut:

$$| \text{Nilai}_{\text{target}} - \text{Nilai}_{\text{analisis}} | \leq 1,95 \times \sqrt{U^2_{\text{target}} + U^2_{\text{analisis}}} \dots\dots\dots(1)$$

2. Presisi (tergantung pada tingkat konsentrasi) hasil pengujian, baik(lolos) apabila :



$$\sqrt{\dots\dots\dots} \dots\dots(2)$$

Prinsip Dasar Analisis Aktivasi Neutron

Aktivasi neutron adalah iradiasi suatu target 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, dan faktorampang lintang reaksi. 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 eV.

Teknik analisis aktivasi neutron didasarkan pada reaksi penangkapan neutron termal oleh 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 γ⁻ atau γ⁺ yang umumnya diikuti pula oleh pancaran sinar-γ. Sinar-γ yang dipancarkan 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 yang terkandung dalam suatu benda, baik 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 bersamaan dengan sampel yang akan ditentukan kuantitas unurnya. 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,

$$\frac{Np_{\text{cuplikan}}}{Np_{\text{standar}}} = \frac{W_{\text{standar}}}{W_{\text{cuplikan}}} \quad (3)$$

dengan :

C_u : konsentrasi analit dalam sampel

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

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

W_{standar} : berat unsur standar

METODE PENELITIAN

Preparasi

Untuk uji fungsi fasilitas iradiasi sistim rabbit pada penelitian ini digunakan bahan acuan standar SRM 1633b *Coal Fly Ash*. Dilakukan penimbangan SRM 1633b dengan berat sekitar 50 mg sebanyak delapan kali. Satu cuplikan digunakan untuk bahan acuan, dan tujuh yang lainnya digunakan sebagai analit, karena metode yang akan digunakan adalah metode komparatif. Sampel dimasukkan dalam vial yang telah direndam dengan HNO_3 , dan dibilas dengan air demi, kemudian direndam dalam acetone untuk menghilangkan pengotor. Sebelum sampel dimasukkan dalam kapsul aluminium untuk iradiasi dengan waktu paruh panjang, sampel maupun standar dibungkus masing masing

dengan aluminium foil, untuk menghindari rusaknya vial polietilene akibat panas yang ditimbulkan pada waktu proses iradiasi.

Iradiasi

Sampel dan standar di iradiasi secara bersamaan pada posisi dan kondisi iradiasi yang sama selama 1 jam. Iradiasi dilakukan dalam fasilitas sistim rabbit RSG GAS dengan fluks neutron $3,5 \times 10^{13}$ n.cm⁻². s.

Pencacahan

Sampel diluruhkan (*cooling*) selama satu minggu kemudian dicacah selama 1 jam dengan spektrometri γ menggunakan detektor HPGe.

Analisis Data

Dari hasil pencacahan dilakukan analisis kualitatif berdasarkan energi unsur gamma yang dipancarkan, dan analisis kuantitatif dengan metode perbandingan. Hasil analisis kemudian dibandingkan terhadap sertifikat dari SRM 1633b untuk mengetahui bias relatif terhadap nilai sertifikat. Untuk uji akurasi dan presisi dilaksanakan pengujian dengan menggunakan persamaan (1) dan (2).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil pengukuran yang dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan diperoleh beberapa unsur seperti yang terlihat pada tabel 1. Dalam tabel tsb dapat diketahui nilai ketidakpastiannya dan bias relatif nilai konsentrasi unsur hasil analisis dibandingkan dengan nilai pada sertifikat. Dari beberapa unsur tersebut hanya tiga unsur yaitu Fe, Cr dan As yang telah tersertifikasi dan memiliki nilai ketidakpastian. Untuk unsur Sb, Co, La dan Sc tidak memiliki nilai ketidakpastian sehingga tidak dapat ditentukan nilai presisi dan akurasinya. Dari nilai rerata bias relatif diperoleh bahwa Fe dan Cr memiliki nilai bias relatif yang cukup baik yaitu <10%. Sedangkan untuk As, pada pengulangan yang ke 4 dan ke 7 memiliki nilai konsentrasi yang

amat jauh dari nilai yang terdapat dalam sertifikat (35,69 mg/kg dan 37,5 mg/kg). sehingga rerata bias menjadi amat tinggi (27,98%). Hal ini disebabkan karena As memiliki waktu paruh medium (26,3 jam) sedangkan pencacahan dilakukan setelah satu minggu peluruhan. Hal ini mengakibatkan sumbangan kesalahan dari hasil pencacahan menjadi besar. Waktu cacah yang berbeda selang satu hari antara standar dan cuplikan juga berpengaruh terhadap hasil analisis. Untuk unsur Sb, Co, La dan Sc hanya unsur Co yang memiliki bias relatif rendah (6,54%). Sedangkan ketiga unsur yang lain memiliki bias relatif diatas 10%. Hal ini tidak menjadi masalah karena memang ke empat unsur tersebut belum tersertifikasi sehingga keberadaannya hanya sebagai informasi bahwa unsur tersebut terkandung dalam sampel SRM 1633b. Hasil pengujian tingkat akurasi dan presisi dapat dilihat pada tabel 2. Disini hanya ada

tiga unsur yaitu Fe, Cr dan As yang dapat diuji, karena hanya unsur unsur tersebut yang tersertifikasi dan memiliki nilai ketidakpastian pengukuran. Dari hasil pengujian dengan mengambil tingkat kepercayaan 95% nampak bahwa Fe dan Cr memiliki tingkat akurasi dan presisi yang bagus (dapat diterima) sedangkan As tidak dapat diterima pada uji akurasi tetapi pada uji presisi dapat diterima. Seperti telah diutarakan diatas, As memiliki waktu paruh medium, sehingga faktor kesalahan pada saat pencacahan amat berpengaruh terhadap hasil analisis. Untuk unsur yang lain yaitu Sb, Co, La, dan Sc, belum tersertifikasi, sehingga tidak dapat digunakan sebagai bahan acuan pada pegujian akurasi maupun presisi. Dari hasil pengujian ini dapat dikatakan bahwa kinerja fasilitas iradiasi sistim rabbit pada posisi RS1 dapat berfungsi dengan amat baik untuk iradiasi bahan/cuplikan yang memiliki waktu paruh medium dan panjang.

Tabel 1: Hasil analisis kuantitatif dalam SRM 1633b *Coal Fly Ash*

Unsur		Fe	Cr	As	Sb	Co	La	Sc
Nilai Serifikat (mg/kg)		77800±0,23	198,2±4,7	136,2±2,6	6	50	94	41
1	Konst(mg/kg)	84168,95±2226,41	221,22±14,93	117,96±3,03	4,27±0,32	52,5±3,3	85,7±1,29	12,06±0,13
	Bias (%)	8.19	11.62	-13.39	-28.84	5.04	-8.82	-70.58
2	Konst(mg/kg)	83442,26±215	202,9±14,	134,97±3,	2,5±0,3	58,5±3,5	96,3±1,4	11,5±0,1
	Bias (%)	7.25	2.38	-0.90	-59.07	17.00	2.42	-71.96
3	Konst(mg/kg)	75867,9±1930	208,3±13,	118±2,9	1,6±0,3	51,2±3	83,5±1,2	11,1±0,1
	Bias (%)	-2.48	5.08	-13.36	-73.22	2.45	-11.12	-72.93
4	Konst(mg/kg)	73813,48±188	182,3±12,	35,69±1,3	1,9±0,2	50,2±2,9	39,3±0,6	10,6±0,1
	Bias (%)	-5.12	-8.02	-73.79	-67.92	0.46	-58.22	-73.99
5	Konst(mg/kg)	7647,74±1998	224,6±15,	128,85±3,	0,74±0,	55,22±3,	88,42±1,	11,16±0,
	Bias (%)	-1.70	13.32	-5.39	-87.72	10.45	-5.93	-72.78
6	Konst(mg/kg)	80663,49±205	235,65±15	113,65±2,	2,87±0,	53,59±3	83,64±1,	11,49±0,
	Bias (%)	3.68	18.90	-16.56	-52.20	7.18	-11.02	-71.98

Tabel 1. lanjutan

Unsur	Fe	Cr	As	Sb	Co	La	Sc	
7	Konst(mg/kg)	73985,88±189	190,17±12	37,5±1,27	3,08±0,	51,6±2,9	40,6±0,6	10,59±0,
	Bias (%)	-4.90	-4.05	-72.44	-48.59	3.22	-56.76	-74.19
	Rentang hasil (mg/kg)	73813,48 - 84168,95	182,30- 235,65	35,69 - 134,97	0,74 - 4,27	50,23- 58,5	39,28- 96,27	10,58- 12,06
	Rataan konst(mg/kg)	78292.31±20.05	209.69±1.63	107.84±0.60	3.05±0.15	53.29±0.74	75.98±0.39	11.22±0.08
	Rataan bias (%)	4.76	9.05	27.98	59.65	6.54	22.04	72.63

Tabel 2: Akurasi dan Presisi

Unsur	Kriteria akurasi			Kriteria presisi			Status akhir
	$ N_t - N_a $	$\frac{1,95 \times}{\sqrt{U^2_t + U^2_a}}$	Status	$\sqrt{\left(\frac{U_t}{N_t}\right)^2 + \left(\frac{U_a}{N_a}\right)^2} \times 100\%$	$\sqrt{\left(\frac{U_t}{N_t}\right)^2 + (\sigma_H)^2} \times 100\%$	Status	
Fe	492.31	5.265,15	Diterima	3.47	571.67	Diterima	Diterima
Cr	11.49	16.01	Diterima	4.00	15.81	Diterima	Diterima
As	28.36	5.20	ditolak	1.99	14.06	Diterima	Ditolak

KESIMPULAN

Fasilitas iradiasi sistim rabbit pada posisi RS-1 dapat berfungsi dengan baik untuk iradiasi bahan/cuplikan yang memiliki waktu paruh medium dan panjang.

DAFTAR PUSTAKA

1. ANONIMOUS, "Safety Analysis Report" Volume 1, rev.8 MPR G.A Siwabessy, BATAN.
2. IAEA-TECDOC-564, "Practical Aspects of Operating a Neutron Activation Analysis Laboratory", a technical document issued by the IAEA, Vienna 1990.
3. SUSAN J. P, "Activation Spectrometry in Chemical Analysis" Vol.119, John Wiley & Sons, 1991
4. IAEA. *Summary Report of the Proficiency Test for the IAEA Project RAS/2/010: Quality Assurance and Quality Control of Nuclear Analytical Techniques*, Seiberdorf, 03 January, 2003.
5. NIST, "Certificate of Analysis Standard Reference Material 1633b *Constituent Elements in Coal Fly Ash* ", Gaithersburg, MD 20899, Certificate Issue date June, 22, 1993