

KONTROL KUALITAS HASIL ANALISIS Mn, Mg, Al, V DAN Na MENGGUNAKAN METODE k_0 -AANI

Alfian, Sutisna

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir – BATAN
Kawasan Puspipstek Gedung 43, Serpong, Tangerang 15314
E-mail :alfian@batan.go.id

ABSTRAK

Validasi hasil analisis k_0 -AANI untuk unsur-unsur berumur paro pendek Mn, Mg, Al, V dan Na telah dilakukan menggunakan bahan acuan standar NIST SRM 2711 Montana Soil dan pemantau fluks neutron termal Zn. Sejumlah 3-5 mg Zn (99.97%, Nilaco, Jepang) dan 20-50 mg NIST SRM 2711 Montana Soil ditimbang dalam vial mikro. Pemantau fluks dan SRM diiradiasi pada fasilitas RS03 sistem rabbit pada daya 15 MW. Evaluasi spektrum gamma hasil iradiasi dilakukan menggunakan PC-Hypermet, sementara untuk kuantifikasi unsur-unsur telah digunakan k_0 -IAEA. Kontrol kualitas yang meliputi linieritas, uji-U, bias relatif, L_D dan L_C telah dilakukan untuk unsur berumur paro pendek yang dipilih. Hasil analisis menunjukkan bahwa faktor regresi untuk linieritas, R^2 , umumnya berada pada kisaran 0,65 sampai dengan 0,98. Hasil uji-U dan Rasio hasil analisis terhadap nilai sertifikat tidak menunjukkan adanya perbedaan yang nyata, kecuali untuk Mg. Bias relatif untuk unsur-unsur yang dianalisis mempunyai kisaran pada harga 0,01% - 0.39%. Dapat disimpulkan bahwa penggunaan k_0 -AANI untuk penentuan unsur-unsur berumur paro pendek, bisa dilakukan di fasilitas rabbit GA. Siwabessy dengan hasil cukup baik.

Kata Kunci : k_0 -AANI, uji-U

ABSTRACT

Validation of k_0 - INAA analysis for short half-lived elements of Mn, Mg, Al, V and Na have been conducted using standard reference materials of NIST SRM 2711 Montana Soil and Zn thermal neutron flux monitors. A number of 3-5 mg Zn (99.97 %, Nilaco, Japan) and 20-50 mg of NIST SRM 2711 Montana Soil weighed in a cleaned vial. Flux monitor and SRM irradiated together at a RS-03 channel of rabbit system at 15 MW power reactor. Gamma spectral analysis of the irradiated results of have been performed using PC-Hypermet, while for an elemental quantification have been used k_0 -IAEA software. Quality control includes linearity, U - test, relative bias, L_D and L_C has been done to the selected element from a short half-life nuclide. The analysis results showed that the regression factor for linearity, typically in the range 0.65 up to 0.98. The u-test results and the ratio of analytical result to the value of the certificate do not show significant differences, except for Mg element. Deviation relative of the elemental of interest have value on the range of 0.01% - 0.39%. It can be concluded that the use of k_0 - INAA for the determination of short half-lived elements can be performed in rabbit GA. Siwabessy with a good enough result.

Key Word : k_0 -AANI, uji-U,

PENDAHULUAN

Metode analisis aktivasi neutron Instrumental (k_0 -AANI) merupakan salah satu analisis teknik nuklir yang andal, yang sangat memadai digunakan untuk penentuan analisis unsure. Metode ini mempunyai kemampuan menentukan unsur secara serempak dengan ketelitian dan akurasi yang relative baik, kelebihan metode ini adalah tidak diperlukannya

penggunaan standar pembandingan dan perlakuan kimia, yang umumnya memerlukan kost dan waktu yang relative tidak sedikit. Kuantifikasi unsure dihitung berdasarkan formulasi dari Frans de Corte[1] yang tidak memerlukan ketersediaan unsur standar. Namun demikian, metode ini sangat bergantung pada sejumlah parameter antara lain parameter reaktor α dan, fluks neutron

yang diterima oleh target dan geometri pencacahan. Berbeda dengan metode komparatif, pada k₀-AANI mutlak diperlukan pemantau fluks neutron thermal. Tergantung keperluan analisis untuk fluks bias digunakan ^{69m}Zn (t_{1/2}=825,6 menit; E_γ=438,63 keV) untuk pemantau radionuklida berumur paruh pendek atau ¹⁹⁸Au (t_{1/2}=2,7 hari; E_γ=411,8 keV) untuk radionuklida berumur paro medium dan panjang.

Sejauh ini implementasi metode k₀-AANI di reactor GA Siwabessy masih terbatas pada penentuan radionuklida berumur paruh medium dan panjang [2-4]. Sementara untuk iradiasi pendek pada analisis nuklida berumur paruh pendek, belum bias digunakan karena terkendala oleh system pengendalian waktu pada semua fasilitas hidrolis. Adanya kesulitan untuk memastikan apakah kapsul betul-betul mencapai posisi radiasi pada teras reactor untuk iradiasi dalam orde detik (5-30 detik). Hal ini disebabkan system rabbit tidak dilengkapi dengan sistem pemantauan iradiasi sehingga tidak ada jaminan target mencapai teras reaktor. Berbeda dengan metode komparatif, pada metode k₀ waktu iradiasi perlu diketahui dengan tepat dan akurat. Untuk unsur-unsur dengan waktu paruh pendek (t_{1/2} dalam orde menit), hal ini akan sangat krusial dan besar pengaruhnya terhadap hasil analisis. Oleh karena itu perlu dilakukan kajian yang lebih lanjut mengenai konsistensi waktu perlu pemantapan dan validasi k₀-AANI untuk waktu paruh pendek.

Pada penelitian ini telah dilakukan validasi metode k₀-AANI untuk penentuan unsure berumur paro pendek Mn, Mg, Al, Vn dan Na bahan acuan standar NISTSRM 2711 *Montana Soil* digunakan untuk melakukan uji linieritas, limit deteksi, bias relatif, u-test dan rasio hasil analisis terhadap nilai sertifikat.

METODE PENELITIAN

Pada penelitian telah digunakan bahan acuan standar NIST SRM 2711 *Montana Soil* dan pemantau fluk Zn99.97% (Nilaco). Sejumlah 3-10 mg Zn dan 10-30 mg *Montana Soil* ditimbang di dalam vial polietilen yang telah dibersihkan. Kemudian pemantau fluk Zn dan SRM 2711 diiradiasi secara bersamaan di fasilitas RS3 sistem rabbit RSG-GAS pada daya 15 MW. Hasil

reaksi (n,γ) dideteksi menggunakan detektor Germanium kemurnian tinggi (Canberra FWHM=1,853; FWTM=3,457, efisiensi-relatif = 18,3%, P/C=46) dan dirangkai dengan penganalisis multi saluran (MCA) Multiport II dari Canberra. Akuisisi data dilakukan menggunakan perangkat lunak Genie-2000 buatan Canberra yang terkalibrasi [2]. Analisis spektrumnya dilakukan menggunakan software PC-hypermetversi 5.0[5]. Selanjutnya hasil dari hypermet tersebut digunakan pada perhitungan konsentrasi unsur-unsur menggunakan program k₀-IAEA seperti yang telah di publikasikan terdahulu [3-4].

Untuk memastikan bahwa cacahan area dari puncak yang akan dianalisis layak untuk dihitung maka perlu dilakukan pengecekan terhadap limit kuantifikasi (L_C) dan limit deteksi (L_D) dengan tingkat kepercayaan 95% menggunakan metode Currie menggunakan persamaan 1-2.

$$L_C = 1,645 \sqrt{B \left(1 + \frac{m}{2n} \right)} \quad (1)$$

$$L_D = 2,71 + 3,39 \sqrt{B \left(1 + \frac{m}{2n} \right)} \quad (2)$$

Uji linieritas dilakukan dengan bervariasi waktu iradiasi 5; 7,5; 10; 12,5; 15; 17,5; 20; 22,5; 25 detik yang selanjutnya dipelajari Linieritas terhadap unsur-unsur ^{69m}Zn, ⁵⁶Mn, ⁵²V, ²⁸Al, ²⁴Na, dan ²⁷Mg. Data radionuklida seperti pada Tabel 1. Adalah beberapa parameter nuklir yang digunakan dalam penelitian ini.

$$\text{Biasrelatif} = \frac{\text{Nilai}_{\text{analisis}} - \text{Nilai}_{\text{sertifikat}}}{\text{Nilai}_{\text{sertifikat}}} \quad (3)$$

$$u_{\text{test}} = \frac{|\text{Nilai}_{\text{sertifikat}} - \text{Nilai}_{\text{analisis}}|}{\sqrt{\text{Unc}_{\text{sertifikat}}^2 + \text{Unc}_{\text{analisis}}^2}} \quad (4)$$

$$\text{Rasio} = \frac{\text{Nilai}_{\text{analisis}}}{\text{Nilai}_{\text{sertifikat}}} \quad (5)$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Uji Linieritas

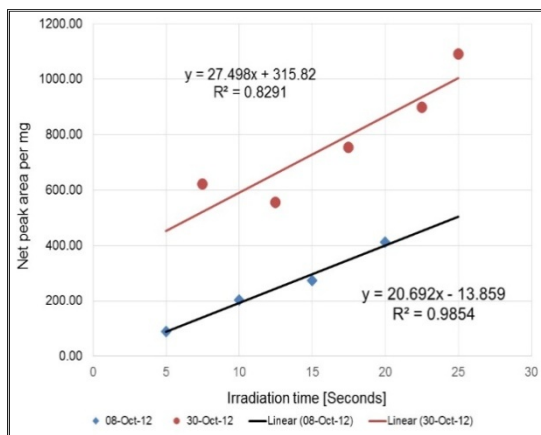
Hasil analisis selengkapnya untuk unsur ^{69m}Zn, ⁵⁶Mn, ⁵²V, ²⁸Al, ²⁴Na, dan ²⁷Mg, yang digunakan untuk uji linieritas seperti pada gambar grafik 1-6 dilakukan laboratorium AAN PTBIN pada tanggal 8 dan 30 Oktober

2012. Pada Uji linieritas yang dilakukan pada tanggal 8 Oktober 2012 terlihat lebih linier dibandingkan dengan tanggal 30

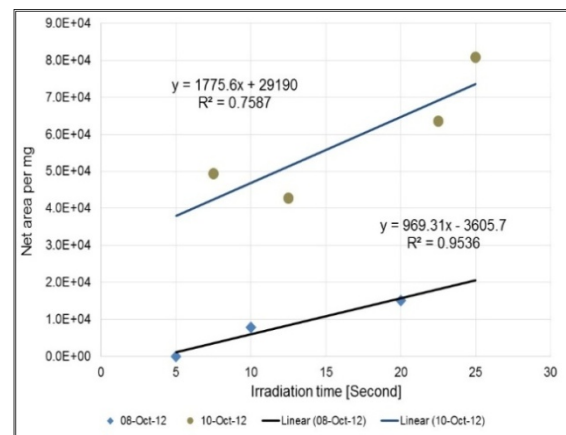
Oktober 2012, ha lini menunjukkan fluks relative lebih stabil pada tanggal 8 Oktober 2012.

Tabel 1. Parameter nuklir dari beberapa unsur berumur paro pendek yang digunakan dalam perhitungan[7]

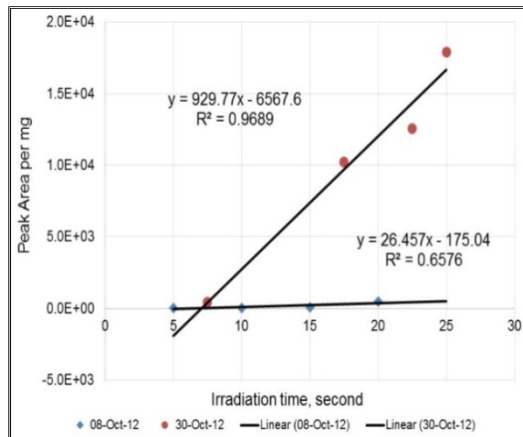
Unsur	Isotop	ReaksiNuklear	T $\frac{1}{2}$ [menit]	E_γ (I_γ), keV
Zn	^{69m}Zn	$^{68}\text{Zn}(n,\gamma)^{69m}\text{Zn}$	825.6	438.63(94.80)
Mn	^{56}Mn	$^{55}\text{Mn}(n,\gamma)^{56}\text{Mn}$	154.7	846.8(98.8), 1810.7(27.2),
V	^{52}V	$^{51}\text{V}(n,\gamma)^{52}\text{V}$	3.75	1434.08(100)
Na	^{24}Na	$^{23}\text{Na}(n,\gamma)^{24}\text{Na}$	897.5	1368.6(99.99), 2754.0 (99.88)
Mg	^{27}Mg	$^{26}\text{Mg}(n,\gamma)^{27}\text{Mg}$	9.46	1014.43(28.6); 843.76(71.40)



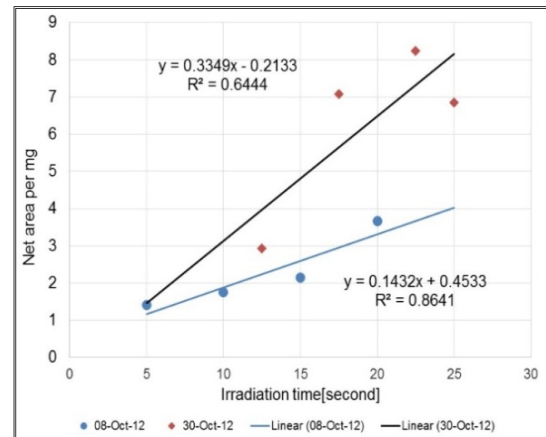
Gambar 3. Grafik linieritas isotop ^{52}V pada RS03



Gambar 4. Grafik linieritas isotop ^{28}Al pada RS03



Gambar 5. Grafik linieritas isotop ^{24}Na pada RS03



Gambar 6. Grafik linieritas isotop ^{27}Mg pada RS03

Limit kuantifikasi (L_C) dandeteksi (L_D) untuk unsur Mn, Mg, Al, V dan Na dihitung dengan menggunakan persamaan 1-2 sehingga didapatkan hasil perhitungan pada tabel 3.

Selanjutnya dari data pengukuran ditentukan nilai bias relative menggunakan

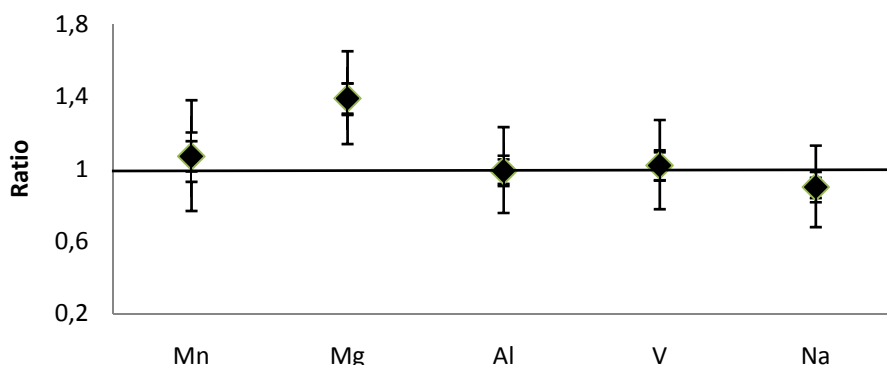
persamaan 3, uji-u dengan persamaan 4, rasio hasil sertifikat menggunakan persamaan 5 sehingga didapatkan hasil perhitungan seperti pada table 3. yang selanjutnya dibuat grafik hasil sertifikat gambar 12.

Tabel 2. Limit deteksi dan limit kuantifikasi

Unsur	E _y	Konsentrasi [mg/kg]	L _c [mg/kg]	L _D [mg/kg]
Mn-56	1778.90	0.64	0.06	0.13
Mg-27	1014.42	14.64	0.33	0.66
Al-28	1778.90	64.17	0.50	1.03
V-52	1434.00	0.08	0.03	0.05
Na-24	1368.50	10.72	1.51	3.05

Tabel 3. Ratio eksperimen terhadap sertifikat

Unsur	Hasil percobaan [mg/kg]		Sertifikat [mg/kg]		Bias Relatif (%)	Uji-u	R*	
	Hasil	Unc	Hasil	Unc			Hasil	Unc
Mn	685	53	638	14	0.07	0.86	1.1	0.2
Mg	14640	1127	10500	200	0.39	3.62	1.4	0.2
Al	64470	4964	65300	457	0.01	0.17	1,0	0.2
V	83.5	6.4	81.6	1.5	0.02	0.28	1.0	0.2
Na	10260	790	11400	148	0.10	1.42	0.9	0.1



Grafik 12. Ratio hasil eksperimen terhadap sertifikat

Bias Relatif

Bias relatif hasil pengukuran dibandingkan terhadap standar yang digunakan berkisar antara 0,01 % sampai dengan 3,9 %.

Uji-U

Data hasil hitungan uji-u dibandingkan dengan Tabel 4. Dari lima unsur yang dihitung, empat unsur (Mn, Al, V dan Na) memiliki nilai uji-u < 1,64 artinya hasil yang dilaporkan tidak berbeda jauh dengan nilai sertifikat sedangkan satu unsure yaitu unsur Mg memiliki nilai uji-u > 3,29 artinya hasil yang dilaporkan secara signifikan

berbeda dari nilai sertifikat. Minimnya data yang diperoleh untuk Mg (satu data) merupakan salah satu sebab nilai uji-u > 3,29.

Rasio hasil analisis terhadap nilai sertifikat

Rasio hasil analisis terhadap nilai sertifikat, untuk unsure Mn, Al, V dan Na memiliki nilai mendekati satu (1,07; 0,99; 1,02 dan 0,9) dan hanya satu unsure (Mg) yang memiliki nilai lebih dari jauh dari 1 (1,39). Hal ini disebabkan dari lima kali pengukuran, unsur Mg hanya satu kali sehingga tidak ada nilai rata-rata.

Tabel 4. Kriteria statistic untuk uji-u [7]

Nilai u	Probabilitas	Status
$u < 1,64$	Lebih besar dari 0,1	Hasil yang dilaporkan tidak berbeda secara signifikan dari nilai sertifikat
$1,95 > u > 1,64$	Antara 0,1 dan 0,05	Hasil yang dilaporkan kemungkinan tidak berbeda secara signifikan dengan nilai sertifikat
$2,58 > u > 1,95$	Antara 0,05 dan 0,01	Tidak jelas apakah hasil yang dilaporkan berbeda secara signifikan dengan nilai sertifikat
$3,29 > u > 2,58$	Antara 0,01 dan 0,001	Hasil yang dilaporkan kemungkinan berbeda secara signifikan dari nilai sertifikat
$u > 3,29$	Kurang dari 0,001	Hasil yang dilaporkan secara signifikan berbeda dari nilai sertifikat

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa dengan metode k_0 -AANI dapat ditentukan konsentrasi unsur paro pendek Mn, Al, V dan Na pada SRM 2711 dengan hasil cukup baik sedangkan Mg didapatkan hasil berbeda jauh dengan nilai sertifikat. Linieritas untuk pemantauan fluks di RS3 pada tanggal 8 Oktober 2012 lebih stabil dibandingkan pada tanggal 30 Oktober 2012. Limit deteksi dengan tingkat kepercayaan 95% sudah dapat dipenuhi. Bias relatif hasil pengukuran dibandingkan standar berkisar antara 0,01 % sampai dengan 3,9 %. Nilai u-test 4 unsur yaitu Mn, Al, V dan Na memiliki u-test $< 1,64$ sedangkan untuk Mg memiliki u-test $> 3,29$. Rasio hasil analisis sertifikat berkisar antara 0,90 sampai dengan 1,39.

DAFTAR PUSTAKA

- FRANS DE CORTE, A. SIMONITS. 1994. *Vade Mecum for K_0 -Users*, Netherlang, Publish by DSM Research Geleen.
- ALFIAN, SUTISNA, Kalibrasi Efisiensi Detektor HPGe PTBIN I dan II di Lab AAN PTBIN, Prosiding Seminar Nasional TAN 2012, Bandung 16 Oktober 2012, ISSN 2338-0642.
- SUTISNA, ALFIAN, Analisis Spasial Unsur Logam Berat dalam Tanah di Kabupaten Serang Propinsi Banten, Prosiding Seminar Nasional Analisis Aktivasi Neutron, PATIR-BATAN, Serpong, Maret 2012, hlm 21-30, ISSN 2085-2797.
- SUTISNA, ALFIAN, Cemaran Logam berat di Kawasan Industri, Prosiding Semnas AAN 2010, PTBIN-BATAN, Serpong, 2-3 Nopember 2010, hlm 196-204, ISSN 2085-2797.
- Institute of Isotope, Hypermet-PC, Budapest, Hungary 1997.
- FRANS DE CORTE, The K_0 Standardization Method, 1987.
- IAEA, Analytical Quality Control Services, Summary Report of the Proficiency Test for the IAEA Project RAS/2/020: Quality Assurance an Quality Control of Nuclear Analytical Techniques, Seibersdorf, Austria, 2003.