

ANALISIS KEANDALAN LABORATORIUM ANALISIS AKTIVASI NEUTRON (AAN) DENGAN METODE KOMPARATIF

Th. Rina M, Sri Wardani, Sunarko

ABSTRAK

ANALISIS KEANDALAN LABORATORIUM ANALISIS AKTIVASI NEUTRON (AAN) DENGAN METODE KOMPARATIF. Metode AAN merupakan metode analisis yang memiliki tingkat akurasi dan presisi yang baik. Untuk mengetahui tingkat keandalan Metode AAN dan peralatannya di P2TRR, telah dilakukan analisis cuplikan dari bahan standar SRM1646a *Estuari sediment*, SRM 1648 *Urban particulate*, SRM 1573 a *Tomato leaves* dan CRM No.3 *Chlorella* dengan metode AAN di Laboratorium AAN P2TRR. Hasil analisis menunjukkan adanya penyimpangan pengukuran 610 %, pada unsur-unsur dengan waktu paruh panjang jika dibandingkan dengan sertifikat. Ini berarti analisis dengan metode AAN yang dilakukan di P2TRR hasilnya cukup baik (cukup handal). Kesulitan terjadi pada analisis unsur-unsur dengan waktu paruh pendek.

ABSTRACT

ANALYSIS OF RELIABILITY AAN LABORATORY WITH COMPARATIVE METHOD. The AAN method is an analysis method which has good accuracy and precision. The samples of SRM 1646a *Estuari sediment*, SRM 1648 *Urban particulate*, SRM 1573 a *Tomato leaves*, and CRM No.3 *Chlorella* was analyzed with AAN method in the AAN Laboratory at P2TRR. The analyzed method result show the 10 % relation of the element contain with long life time, if considered with certificate. These mean the result of the analysis done by the NAA in P2TRR is good.

PENDAHULUAN

Metoda Analisis Aktivasi Neutron merupakan metoda analisis yang memiliki keunggulan dibandingkan dengan metoda analisis konvensional lainnya. AAN dapat diaplikasikan untuk menentukan multi unsur kelumit dalam cuplikan dari berbagai bidang ilmu pengetahuan. AAN memiliki sensitivitas/kepekaan tinggi, keakuratan dan ketelitian yang baik, mampu menganalisis unsur kelumit pada orde ppm (10^{-6} µg/g), bahkan untuk unsur tertentu sampai orde ppb (10^{-9}), sehingga merupakan metode analisis yang andal.

Untuk menguji keandalan metode AAN yang dilakukan di Laboratorium AAN P2TRR, telah dilakukan penelitian terhadap bahan standar acuan (SRM/CRM) dengan metode AAN. Cuplikan berupa bahan standar acuan tersebut telah diketahui kandungannya (tertera dalam sertifikat). Untuk analisis kuantitatif digunakan metode komparatif dengan unsur-unsur standar acuan yang sama dengan unsur-unsur yang terkandung dalam cuplikan. Pencacahan dilakukan dengan spektrometri sinar gamma, yang

menggunakan detektor HPGe.

TEORI

Prinsip dasar AAN adalah timbulnya radioaktivitas imbas dari suatu cuplikan, setelah ditembak dengan neutron. Reaksi aktivasi neutron (n, γ), dapat dituliskan sebagai berikut :



Metode iradiasi yang lazim digunakan pada AAN adalah iradiasi tanpa filter cadmium dan iradiasi dengan filter cadmium. Berdasarkan energinya neutron dapat dikelompokkan atas neutron cepat (energi rata-rata 2,5 Mev), neutron epithermal (0,2 ev – 0,1 Mev) dan neutron thermal (dibawah 0,2 ev). Dengan menempatkan cuplikan pada posisi tertentu serta penggunaan filter yang sesuai, maka cuplikan dapat diiradiasi dengan neutron yang tenaganya tertentu. Radionuklida yang terbentuk akan memancarkan sinar gamma dan mungkin sekaligus sinar beta yang memiliki tenaga spesifik dan mencirikan nuklida pemancarnya. Aktivasi dari sinar- γ dan sinar- β

yang dihasilkan sebanding dengan jumlah radionuklida yang terbentuk. Jumlah radionuklida yang terbentuk akan bergantung dengan kelimpahan isotop alamiahnya dan sebanding juga dengan massa unsur yang ada dalam target tersebut. Dengan melakukan pengukuran terhadap energi sinar gamma yang terbentuk, unsur yang terkandung di dalam cuplikan dapat ditetapkan. Jika setiap energi gamma sebanding dengan massa unsur di dalam cuplikan, maka apabila dilakukan pengukuran terhadap setiap sinar gamma, jumlah unsur tersebut dapat ditetapkan.

Untuk mengetahui besaran aktivitas radionuklida yang terjadi digunakan persamaan (1) berikut,

$$A = (W \cdot \theta \cdot N_A / M) \cdot f \cdot \sigma (1 - e^{-\lambda t}) \quad (1)$$

Keterangan :

- A = aktivitas radionuklida (s^{-1})
- W = berat unsur (g)
- M = berat atom unsur (g/mol)
- N_A = bilangan Avogadro ($6,02 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$)
- θ = koefisien kelimpahan target radionuklida di dalam unsur
- f = densitas fluks neutron termal ($n \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$).
- σ = penampang lintang aktivasi (barn)
- λ = kecepatan disintegrasi dari produk radionuklida [$= 0,693/T_{1/2}$ (s)]
- t = waktu iradiasi (s)
- $T_{1/2}$ = umur paruh radionuklida

Untuk meningkatkan harga A dapat dilakukan dengan beberapa cara, yaitu dengan memperpanjang waktu iradiasi (t), menambah densitas neutron termal, dan menambah berat cuplikan. Penambahan berat cuplikan akan menimbulkan masalah yang harus diperhatikan berkaitan dengan keseragaman fluks neutron, faktor perisai diri, dan kondisi kapsul iradiasi. Penambahan fluks neutron termal akan memerlukan fasilitas iradiasi yang sesuai. Penambahan waktu iradiasi akan tergantung pada posisi iradiasi di dalam reaktor.

Analisis kuantitatif yang umum digunakan yaitu dengan metode komparatif (perbandingan). Pada metode ini cuplikan dengan unsur standar yang telah diketahui kuantitasnya bersama-sama (secara simultan) diiradiasi. Pasca-iradiasi, cuplikan dan unsur standar dicacah pada kondisi dan detektor yang sama. Prosedur ini akan mengeliminasi ketidakpastian dalam parameter nuklir, efisiensi detektor dan lain sebagainya. Untuk mengetahui berat unsur dalam cuplikan digunakan persamaan (2) berikut,

$$W_s = W_{st} \times C_s / C_{st} \quad (2)$$

Keterangan :

- W_s = berat unsur dalam cuplikan
- W_{st} = berat unsur standar
- C_s = cacah unsur dalam sampel terkoreksi
- C_{st} = cacah unsur standar terkoreksi

METODOLOGI

Persiapan Cuplikan

Cuplikan yang akan dianalisis adalah bahan standar acuan SRM 1573a *tomato leaf*, SRM 1646a *Estuari sediment*, SRM 1648 *urban particulate* dan CRM no.3 *chlorella*. Bahan standar ini telah diketahui kandungan unsur dan kuantitasnya. Untuk masing-masing cuplikan tersebut disiapkan 2 buah cuplikan, yaitu untuk iradiasi waktu pendek dan iradiasi waktu panjang. Berat masing-masing cuplikan tersebut adalah SRM 1573a 200 mg, SRM 1646a 550 mg, SRM 1648 150 mg, dan CRM No.3 350 mg. Cuplikan ini dibungkus dengan vial polietilen kemudian dimasukkan dalam kapsul polietilen dan siap untuk diiradiasi.

Untuk analisis kuantitatif digunakan metode komparatif dengan unsur-unsur standar acuan yang telah diketahui pasti jenis dan beratnya. Unsur standar acuan yang digunakan sama dengan unsur yang terkandung dalam cuplikan yang akan dianalisis. Pada penelitian ini unsur standar yang digunakan yaitu Cd, Mn, Mo, Se, Cr, As, Sb, Co, Ba, Hg, Zn, dan V. Unsur standar ini diiradiasi pada kondisi iradiasi yang sama dengan kondisi iradiasi cuplikan yang akan dianalisis, dan diiradiasi secara serentak/ bersamaan antara cuplikan dengan unsur standar.

Iradiasi dan Pencacahan

Cuplikan bahan standar acuan dan unsur standar diiradiasi di fasilitas sistem Rabbit. Untuk analisis unsur dengan waktu paruh pendek, cuplikan diiradiasi pada hidrolik sistem Rabbit dengan waktu iradiasi 50 detik. Sedangkan untuk analisis unsur dengan waktu paruh panjang, cuplikan diiradiasi selama 1 - 2 jam.

Pencacahan dilakukan dengan menggunakan perangkat spektrometer sinar gamma yang telah dikalibrasi. Pencacahan radionuklida umur paruh pendek harus segera dilakukan setelah cuplikan diiradiasi dengan lama pencacahan 300 - 600 detik. Sedangkan untuk pencacahan radio-nuklida dengan umur paruh panjang, dilakukan setelah cuplikan pasca iradiasi didinginkan selama 7 hari. Waktu pencacahan 1 - 2 jam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis kualitatif dan kuantitatif ditunjukkan pada Tabel 1 sampai dengan Tabel 4. Tabel 1 menunjukkan hasil analisis cuplikan SRM 1646a *Estuari sediment* dengan metode AAN yang dilakukan di P2TRR. Dari tabel tersebut dapat diketahui bahwa AAN yang dilakukan di P2TRR untuk unsur-unsur tertentu yang memiliki waktu paruh cukup panjang dapat terdeteksi dengan baik dan persentase penyimpangan pengukuran, rata-rata masih dibawah 10 %. Pada analisis ini yang menjadi kendala adalah analisis unsur-unsur dengan waktu paruh pendek, seperti V, Al, Mg. Unsur-unsur tersebut sebenarnya terkandung dalam cuplikan SRM 1646a, tetapi pada analisis

yang dilakukan pada penelitian ini tidak dapat dideteksi. Hal ini disebabkan karena lokasi alat pencacah yang letaknya cukup jauh dari lokasi cuplikan yang diiradiasi, sehingga banyak waktu yang terbuang dan akhirnya radionuklida yang akan diukur sudah habis meluruh. Disamping itu juga karena belum berfungsinya sistem rabbit pneumatik yang ada di P2TRR. Kendala lain adalah, secara kualitatif sebenarnya beberapa unsur yang terkandung dalam cuplikan dapat dianalisis, tetapi tidak dapat dilakukan analisis kuantitatif. Hal ini disebabkan karena pada iradiasi unsur standar pembanding ternyata unsur tersebut tidak terdeteksi pada pencacahan. Akibatnya untuk unsur yang sama.

Tabel 1. Hasil Analisis Cuplikan NIST SRM 1646a Estuari Sedimen dengan Metode AAN yang dilakukan di P2TRR

Unsur	Harga sertifikat ($\mu\text{g/g}$) ⁽²⁾	Hasil Pengukuran ($\mu\text{g/g}$)	% Deviasi
Mn	234,5 6 2,8	250	6,95
Mo	1,8	1,989	10,5
Se	0,193 6 0,028	0,207	7,3
Cr	40,9 6 1,9	37,70	7,8
As	6,23 6 0,21	5,52	11,35
Sb	0,3	0,273	9,0
Co	5	4,9	2,0
Ba	210	214,5	2,1
Zn	48,9 6 1,6	52,5	7,4
V	44,84 6 0,76	--	--
Al	2,29760,018	--	--
Fe	2,008 6 0,020	--	--

Tabel 2. Hasil Analisis Cuplikan NIST SRM 1648 Urban Particulat dengan Metode AAN yang dilakukan di P2TRR

Unsur	Harga sertifikat ($\mu\text{g/g}$) ⁽³⁾	Hasil Pengukuran ($\mu\text{g/g}$)	% Deviasi
Cd	75 6 7	82,8	10,4
Mn	860	936,54	8,9
Se	27 6 1	24,5	9,3
Cr	403 6 12	368,5	8,56
As	115 6 10	--	--
Sb	45	49,32	9,6
Co	18	18,47	2,6
Ba	737	--	--
Zn	0,476 6 0,014	0,566	9
V	140 6 3	151,5	8,2

Tabel 3. Hasil Analisis Cuplikan NIST SRM 1573a Tomato Leaves dengan Metode AAN yang dilakukan di P2TRR

Unsur	Harga sertifikat ($\mu\text{g/g}$) ⁽⁴⁾	Hasil Pengukuran ($\mu\text{g/g}$)	% Deviasi
Cd	1,52 6 0,64	--	--
Mn	246 6 8	265,93	8,1
Se	0,0546 0,03	--	--
Cr	19,9 6 0,06	--	--
As	0,112 6 0,004	--	--
Sb	0,063 6 0,006	0,069	9,5
Co	0,57 6 0,02	0,63	10,5
Hg	0,034 6 0,004	0,0375	10,3
Zn	309 6 0,7	340,2	10,19
V	0,835 6 0,010	--	--
Al	598 6 12	--	--
Fe	368 6 7	--	--

Tabel 4. Hasil Analisis Cuplikan NIES CRM No.3 Chlorella dengan Metode AAN yang dilakukan di P2TRR

Unsur	Harga sertifikat ($\mu\text{g/g}$) ⁽⁵⁾	Hasil Pengukuran ($\mu\text{g/g}$)	% Deviasi
Cd	0,026	0,029	11,5
Mn	69 6 5	76,25	10,5
Co	0,8760,005	0,80	8,1
Zn	20,5 6 1,0	22,06	9,8

terkandung dalam cuplikan tidak dapat dihitung kuantitasnya, karena tidak ada pembandingnya. Gagalnya iradiasi unsur standar pembanding ini mungkin disebabkan karena penyimpanan unsur standar tersebut yang tidak benar, sehingga unsur menjadi rusak. Disamping mungkin masa pakainya sudah lewat (hal ini tidak bisa diketahui secara pasti, karena pada kemasan tersebut tidak tertera masa pakainya). Mungkin juga karena posisi iradiasi tidak tepat, sehingga cuplikan tidak teriradiasi. Disamping itu ada unsur tertentu yang tidak dapat terdeteksi karena berinterferensi dengan unsur lainnya, misal unsur Mg yang berinterferensi dengan unsur Mn. Faktor alat pencacah juga ikut memberi sumbangan pada kegagalan analisis.

Tabel 2. menunjukkan hasil analisis kuantitatif cuplikan SRM 1648 *Urban particulate*. Persen penyimpangan pengukuran 6 10%, bila dibandingkan dengan nilai yang tertera pada sertifikat. Demikian juga untuk analisis cuplikan SRM 1573a *Tomato Leaves*, dan CRM No.3 *Chlorella*, persen penyimpangan pengukuran berkisar 10 %. Kendala yang muncul pada analisis ini, pada dasarnya sama dengan kendala yang muncul pada analisis cuplikan SRM1646a.

KESIMPULAN

Dari hasil analisis dengan metode AAN terhadap cuplikan standar acuan yang telah dilakukan di P2TRR dapat diambil beberapa kesimpulan, yaitu : Pertama. Analisis terhadap cuplikan standar acuan SRM 1646a; SRM 1648; SRM 1573a; dan CRM No.3 dengan metode AAN di Laboratorium AAN P2TRR hasilnya cukup baik, yaitu persen penyimpangan pengukuran berkisar 10 % dibandingkan nilai yang tertera pada sertifikat.

Kedua. Metode AAN yang dilakukan di P2TRR untuk unsur-unsur yang memiliki waktu paruh panjang cukup berhasil, tetapi untuk unsur dengan waktu paruh pendek terdapat kendala pada iradiasi dan pencacahan.

Ketiga. Analisis kuantitatif tidak dapat dilakukan pada semua unsur, karena unsur standar (contoh Fe, dan Br) pembanding tidak dapat teriradiasi dengan baik.

Keempat. Tidak dapat teridentifikasinya unsur-unsur hasil iradiasi dapat juga disebabkan karena faktor alat pencacah (misal pada kalibrasi energi).

DAFTAR PUSTAKA

1. IAEA-TECDOC-564, Practical Aspects of Operating a Neutron Activation Analysis Laboratory, IAEA, Vienna, 1990.
2. NIST, Certificate of Analysis Standard Reference Material 1646a Estuary Sediment.
3. NIST, Certificate of Analysis Standard Reference Material 1648 Urban Particulate.
4. NIST, Certificate of Analysis Standard Reference Material 1573a Tomato Leaves.
5. NIES, Certified Reference Material No.3 Chlorella.

DISKUSI

Pertanyaan : (Djaruddin Hasibuan)

Apakah dengan melakukan penelitian pada sampel saja sudah cukup alasan untuk menyatakan kenadlaan lab-APN itu ?

Jawaban : (Th. Rina)

Cuplikan yang digunakan untuk pengujian kehandalan adalah sumber standar acuan bersertifikat yang dilakukan oleh NIST dan NIES, jadi dengan membandingkan hasil analisis dengan harga yang tertera pada sertifikat, dapat diketahui deviasi pengukuran, sehingga akurasi dan presisi analisis dapat dievaluasi.