

EVALUASI AKURASI LAB. AAN P2TRR DENGAN ANALISIS CUPLIKAN STANDAR ACUAN BAHAN MAKANAN

Th Rina M, Sri W, Sunarko

ABSTRAK

EVALUASI AKURASI LAB. AAN P2TRR DENGAN ANALISIS CUPLIKAN STANDAR ACUAN BAHAN MAKANAN. Metode AAN adalah suatu metode analisis yang memiliki tingkat presisi dan akurasi yang tinggi. Untuk itu telah dilakukan evaluasi presisi dan akurasi Lab. AAN P2TRR dengan menggunakan bahan acuan bersertifikat SRM 1573a *Tomato Leaf* dan CRM No.9 *Sargasso*. Iradiasi dilakukan di system rabbit RSG-GAS dan pencacahan dilakukan dengan spectrometer gamma. Hasil analisis menunjukkan bahwa untuk SRM 1573a dari 40 unsur tersertifikasi, 17 unsur dapat dianalisis secara kualitatif dan pada CRM No.9 dari 30 unsur tersertifikasi, 16 unsur dapat dianalisis secara kualitatif. Hasil analisis kuantitatif pada kedua jenis sample tersebut memberikan hasil persen penyimpangan bervariasi tiap unsur antara 2 - 10,5 %. Nilai penyimpangan ini masih dibawah 15 %, ini menunjukkan bahwa presisi dan akurasi Lab. AAN P2TRR cukup baik.

Kata Kunci : Akurasi, bahan acuan standar.

ABSTRACT

THE EVALUATION OF ACCURATION OF NAA METHOD USED BY P2TRR LABORATORY WITH FOOD STANDARD REFERENCE MATERIAL ANALYSIS. The NAA method is the analysis method with high precision and accuration level. The precision and accuration of NAA laboratory in P2TRR had been evaluated with SRM 1573a *Tomato Leaf* and CRM No.9 *Sargasso*. Samples were irradiated in RSG-GAS's rabbit system and counted with gamma spectrometry. The results obtained from this research are for the SRM 1573a sample the test could analyze 17 elements of the 40 certified elements, and for CRM No.9 sample the test could analyze 16 elements of the 30 certified elements. The result of quantitative analysis indicate the different deviation of each element between 2 - 10,5 % compared to the certificate data. This deviation value <15%, this value shows that the precision and accuration level is good enough.

Key words : Accuration, Standard reference material

PENDAHULUAN

Metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN) adalah suatu metode analisis kimia yang memiliki tingkat akurasi dan presisi yang baik, dan mampu untuk menganalisis multi unsur kelumit (40 - 52 unsur)⁽¹⁾ dalam satu kali pengukuran. Metode ini dapat digunakan untuk menganalisis cuplikan dari berbagai jenis (bidang) seperti cuplikan lingkungan, biologi, kesehatan, dan sebagainya. Karena kelebihan metode AAN, maka Laboratorium AAN P2TRR mengembangkan metode analisis ini.

Untuk menguji kehandalan metode AAN di Lab. AAN - P2TRR sebagai salah satu metode analisis yang memiliki tingkat presisi dan akurasi yang baik, maka perlu dilakukan pengujian/validasi metode. Untuk itu dilakukan

evaluasi terhadap presisi dan akurasi metode ini dengan menggunakan bahan acuan standar bersertifikat yang telah diketahui dengan pasti kandungan unsur dan kuantitasnya. Pada penelitian ini dilakukan analisis sampel bahan acuan standar bersertifikat SRM 1573a *Tomato Leaves* dan CRM No. 9 *Sargasso*.

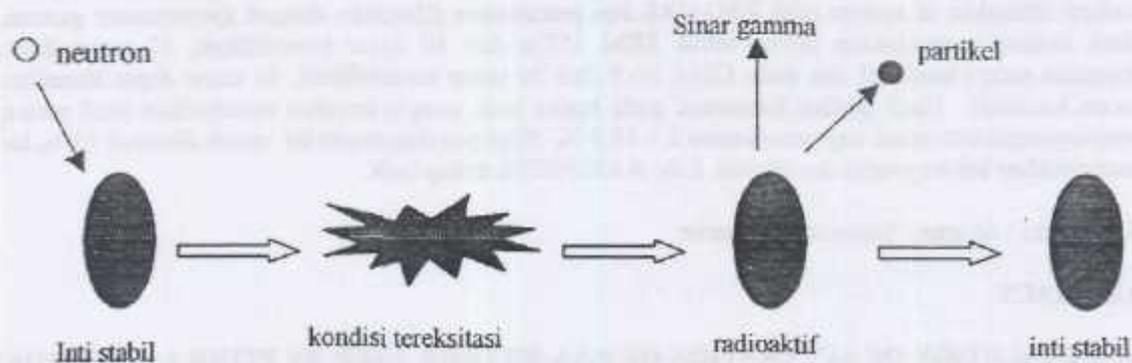
Pada Analisis Aktivasi Neutron (AAN) cuplikan yang akan dianalisis diiradiasi dengan menggunakan sumber neutron. Sumber neutron ini dapat diperoleh dari reaksi fisi yang terjadi pada reaktor nuklir. Seperti diketahui Reaktor Serba Guna GA. Siwabessy adalah reaktor riset yang dilengkapi dengan fasilitas iradiasi. 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 dan analisis kuantitatif dilakukan berdasarkan intensitas sinar gamma terukur.

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, dan tampang 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.

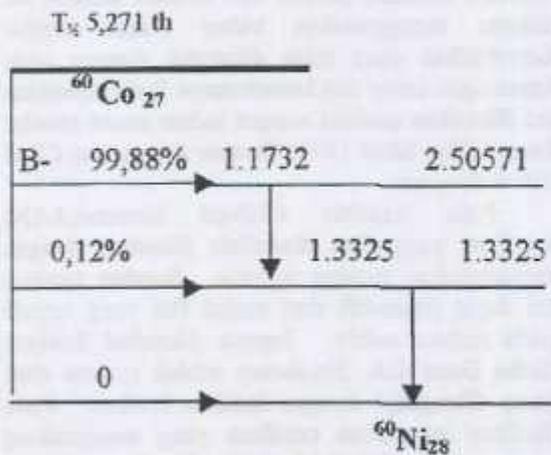


Gambar 1. Prinsip dasar analisis aktivasi neutron [2]

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



dan skema peluruhannya dapat digambarkan sebagai berikut :



Gambar 2. Skema peluruhan ^{60}Co [3]

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 : $E < 1 \text{ eV}$. [4] Dengan menggunakan filter yang sesuai, maka cuplikan dapat diradiasi dengan neutron yang mempunyai energi tertentu.

Inti atom dalam suatu cuplikan yang diradiasi 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 berbentuk akan tergantung dengan kelimpahan isotop. 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).^[5] 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 diradiasi secara bersamaan cuplikan yang akan dianalisis dan unsur standar pada posisi iradiasi dan waktu iradiasi yang sama.^[1] 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_{cuplikan} : kadar unsur yang dicari dalam cuplikan yang dianalisis

W_{standar} : kadar unsur standar yang digunakan

Cps_{cuplikan} : laju cacah unsur yang diperhatikan dalam cuplikan

Cps_{standar} : laju cacah unsur standar

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Alat yang digunakan

Bahan :

- kantong polietilen, aseton, aquabidest, HNO₃ 50%, kapsul polietilen dan aluminium
- Unsur standar pembanding : Co, Na, K, Sr, As, Zn, Mn, Hg, Sb.
- sampel : CRM No. 9 Sargasso, SRM 1573a *Tomato Leaves*.

Alat :

- spektrometer gamma

Persiapan Cuplikan Bahan Acuan Standar

Cuplikan yang akan dianalisis adalah CRM No. 9 *Sargasso* dan SRM 1573a *Tomato Leaves*. Dilakukan penimbangan masing-masing dengan berat 100 mg, kemudian dibungkus dengan kantong polietilen dan diséal di kedua sisinya. Kantong polietilen sebelum digunakan dibersihkan terlebih dahulu, untuk menghindari kontaminasi dari pengotor. Tahap pembersihan adalah sebagai berikut : mula-mula plastik polietilen dipotong-potong dengan ukuran 1 x 1 cm, dicuci dengan *aquabidest* direndam dalam asam nitrat 50 % selama 24 jam, kemudian dibilas dengan *aquabidest* dan dengan aseton, terakhir dikeringkan. Cuplikan yang telah dibungkus dalam kantong polietilen rangkap kemudian dibungkus dengan aluminium foil dan dimasukkan ke dalam kapsul iradiasi. Untuk keperluan analisis radionuklida dengan waktu paruh pendek dan sedang kantong polietilen pembungkus tidak perlu dirangkap dan juga tidak perlu dilapisi dengan aluminium foil.

Preparasi Cuplikan Standar

Untuk keperluan analisis kuantitatif digunakan metode komparatif, yaitu melalui

perbandingan dengan unsur standar sejenis. Dibuat larutan standar yang mengandung unsur-unsur sejenis dengan unsur yang terkandung dalam SRM yang akan dianalisis. Dilakukan pipetasi dari larutan standar tersebut sebanyak 100 µl dan dipipetkan ke dalam kantong polietilen, dimasukkan ke dalam desikator dan divakum selama 24 jam, kemudian *diseal* di kedua sisinya. Cuplikan standar ini kemudian dimasukkan ke dalam kapsul iradiasi bersamaan dengan cuplikan yang akan dianalisis, untuk bersama-sama diiradiasi.

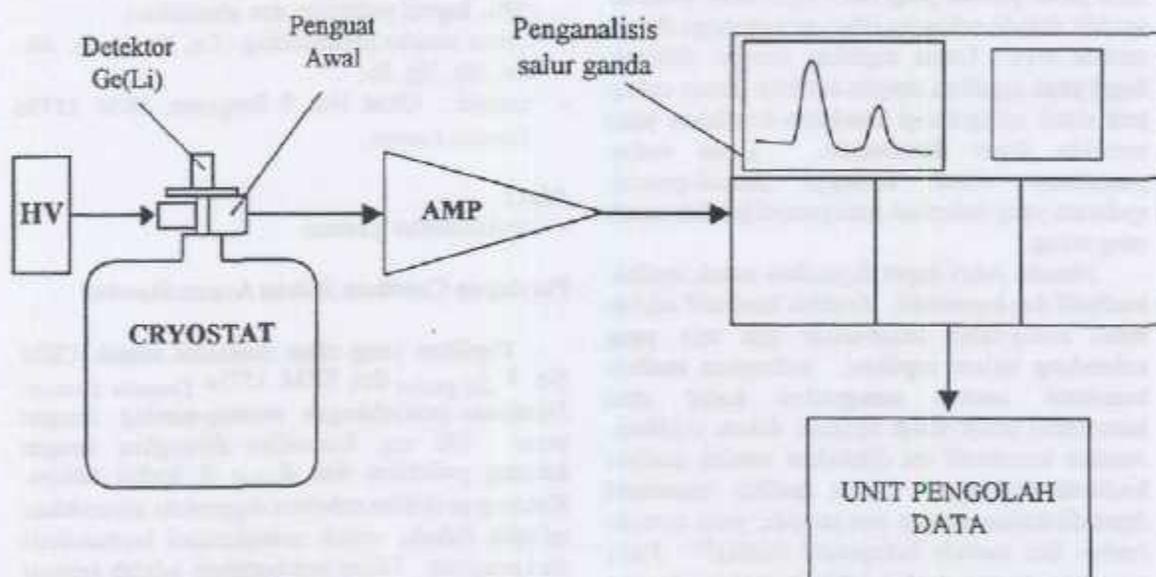
Iradiasi

Cuplikan SRM dan unsur pembanding yang telah dipersiapkan diiradiasi secara bersamaan pada posisi dan kondisi iradiasi yang sama.

Waktu/lama iradiasi bergantung pada target radionuklida yang akan dianalisis. Untuk analisis unsur dengan waktu paruh pendek lama iradiasi 50 detik, unsur dengan waktu paruh sedang 15 menit, dan waktu iradiasi 1 jam untuk analisis unsur dengan umur paruh panjang. Iradiasi dilakukan pada system rabbit RSG-GAS.

Pencacahan

Untuk analisis unsur dengan waktu paruh pendek, cuplikan setelah diiradiasi langsung dicacah, sedangkan untuk unsur-unsur dengan waktu paruh sedang dan panjang, cuplikan paska iradiasi terlebih dahulu didinginkan, baru kemudian dicacah dengan spektrometer sinar gamma. Rangkaian alat pencacah spektrometer gamma dapat digambarkan sebagai berikut :



Gambar 3. Rangkaian alat pencacah spektrometer gamma [6]

Analisis Data

Pada tahap pertama terhadap data hasil pengukuran dilakukan analisis kualitatif berdasarkan hasil pengukuran spektrum energi sinar gamma yang dipaparkan oleh unsur radioaktif yang terkandung dalam cuplikan. Dari analisis kualitatif dapat diketahui jenis unsur yang terkandung dalam cuplikan. Berdasarkan data ini maka dilakukan tahapan lanjut untuk analisis kuantitatif. Analisis kuantitatif dilakukan dengan membandingkan laju cacah unsur dalam cuplikan

dengan unsur standar pembanding yang telah diketahui kuantitasnya secara pasti (dengan persamaan (1)).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis kualitatif dan kuantitatif dapat dilihat pada Tabel 1. dan Tabel 2. Dari Tabel 1. dapat diketahui bahwa pada analisis secara kualitatif SRM1573a, hanya dapat dianalisis 17 unsur dari 40 unsur yang terdapat dalam sertifikat. Salah satu penyebab tidak dapat dianalisisnya

unsur-unsur tersebut diantaranya adalah karena metode analisis untuk unsur-unsur ringan seperti Boron(B) hanya dapat dianalisis dengan metode PGAA dan fasilitas untuk metode ini belum dimiliki, Cd dengan metode ID-ICPMS, PGAA dan RNAA demikian juga dengan N, P, Ni, dan beberapa unsur lainnya untuk analisis yang tepat harus digunakan metode analisis jenis yang lain⁽⁷⁾. Demikian juga pada analisis CRM No.9. dari 30 unsur yang tercantum dalam sertifikat, hanya 16 unsur yang dapat dianalisis. Disamping alasan yang telah disebutkan sebelumnya, tidak dapat dianalisisnya semua unsur yang terkandung didalam sampel tersebut juga karena unsur tersebut memiliki waktu paruh yang relatif pendek

seperti Vanadium dan Aluminium, dan untuk itu masih ada kendala.

Dari Tabel 2. dapat diketahui bahwa pada sampel SRM 1573a dapat dianalisis unsur-unsur Co, Hg, Mn, Sb, Zn dengan % deviasi pengukuran bervariasi antara 8 – 10,5 %. Sedangkan pada sampel CRM No. 9 dapat dianalisis unsur-unsur Co, Sr, Cr, Sb, Zn, Sc, As, K, dan Na dengan % deviasi pengukuran antara 2 – 10,5 %. Terbatasnya unsur-unsur yang dianalisis secara kuantitatif ini karena keterbatasan unsur pembanding dan kendala pada saat iradiasi dan pencacahan. Dari % deviasi pengukuran untuk beberapa unsur dapat diketahui bahwa hasil analisis cukup baik yaitu hasil penyimpangan pengukuran masih dibawah 15 %.⁽¹⁾

Tabel 1. Hasil Analisis Kualitatif Cuplikan Bahan Acuan SRM 1573a dan CRM No.9 dengan metode AAN

Cuplikan	Unsur	
	NIST/NIES ^(7,8)	Hasil Analisis
SRM No. 1573a	Ca, N, P, K, Al, Sb, As, B, Cd, Cr, Co, Cu, Fe, Mn, Hg, Ni, Rb, Se, Na, V, Zn, H, Mg, S, Ba, Br, Ce, Cs, Cl, Gd, Hf, I, La, Mo, Sm, Sc, Ag, Sr, Th, U.	Al, Sb, Ca, Co, Mn, K, Zn, As, Hg, Rb, Ba, Br, Ce, La, Sm, Sc, Th.
CRM No. 9	Ca, Na, K, Sr, Mg, Fe, As, Rb, Mn, Zn, Cu, Pb, V, Ag, Cd, Co, Cl, S, P, I, Br, Al, Ti, U, Cr, Sc, Se, Sb, Cs, Hg	Sr, Cr, Na, Ca, K, As, Mg, Zn, Co, I, Sb, Sc, Fe, Hg, Rb, Ag

Tabel 2. Hasil analisis kuantitatif SRM 1573a dan CRM No.9 dengan metode AAN di Lab AAN P2TRR

SRM 1573a			CRM No. 9		
Unsur	Nilai dalam NIST ⁽⁷⁾	Hasil Analisis (% deviasi)	Unsur	Nilai dalam NIES ⁽⁸⁾	Hasil Analisis (% deviasi)
Co	0,57 ± 0,02	0,63 (10,5%)	Co	0,12 ± 0,01	0,1282 (6,8%)
Hg	0,034 ± 0,004	0,0375 (10,3%)	Sr	0,100 ± 0,0003(%wt)	0,1103 (10,26%)
Mn	246 ± 8	265,93 (8,1%)	Cr	0,2	0,204 (2,00%)
Sb	0,063 ± 0,006	0,069 (9,5%)	Sb	0,0438 ± 9,6	0,0442 (10,50%)
Zn	309 ± 0,7	340,2 (10,19%)	Zn	15,6 ± 1,2	17,1288 (9,8%)
			Sc	0,0966 ± 7,3	0,0978 (8,7%)
			As	115 ± 9	126,9025 (10,35%)
			K	6,10 ± 0,2 (%wt)	6,6745 (9,5%)
			Na	1,7 ± 0,008 (%wt)	1,8785 (10,50%)

KESIMPULAN

Dari hasil analisis SRM 1573a dan CRM No.9 dengan metode analisis aktivasi neutron yang telah dilakukan di Laboratorium AAN-P2TRR dapat disimpulkan bahwa: tingkat presisi dan

akurasi metode AAN yang dilakukan pada laboratorium tersebut cukup bagus dengan prosen deviasi pengukuran < 15 %. Tetapi penelitian lebih lanjut masih diperlukan terutama untuk unsur-unsur yang belum dapat teranalisis pada penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. SRI WARDANI DKK, Evaluasi Presisi dan Akurasi Metode Analisis Aktivasi Neutron Pada Analisis Cuplikan Lingkungan, Prosiding Seminar Hasil Penelitian P2TRR Tahun 1999/2000.
2. KO NOGUCHI, Neutron Activation Analysis, Experiment Report No.7, Nu Tec, Tokyo, Agustus 14-18, 2000.
3. SUSAN J. PARRY, Activation Spectrometry in Chemical Analysis, John Wiley & Sons, Inc. Volume 119, 1991.
4. James J. Duderstadt DKK, Nuclear Reactor Analysis, John Wiley & Sons, 1976.
5. TH. RINA M DKK, Analisis Keandalan Laboratorium Analisis Aktivasi Neutron Dengan Metode Komparatif, Prosiding Seminar Hasil Penelitian P2TRR.
6. WISNU SUSETYO, Spektrometri Gamma, Gajah Mada University Press 1988.
7. NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY, Certificate of Analysis, Standard Reference Material 1573a Tomato Leaves.
8. NATIONAL INSTITUTE FOR ENVIRONMENTAL STUDIES, Certified Reference Material No. 10 Sargasso.

Penanya : -

Pertanyaan :

Deviasi 10% yang dikatakan baik adalah menjadi signifikan kalau kita mengukur sampel makanan/udara yang orde ppm, oleh karena itu usaha apa yang akan dilakukan untuk menaikkan kemampuan aktivasi tidak menjadi signifikan.

Jawaban :

Perlu dikoreksi sebelumnya bahwa deviasi 10% yang dimaksud adalah perbedaan relatif terhadap nilai sertifikat (NIST-SRM / NIES-CRM). Untuk tingkat akurasi yang diperkenankan adalah 0-15% dibandingkan terhadap nilai sertifikat, jadi tingkat akurasi hasil pengujian < 15% dapat dikategorikan bagus, dan sampai saat ini ji akurasi masih terus berlangsung.