

APPLICATION OF NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS IN CHARACTERIZATION OF ENVIRONMENTAL SRM SAMPLES

Aplikasi Teknik Analisis Aktivasi Neutron pada Karakterisasi Sampel SRM Lingkungan

Diah Dwiana Lestiani *, Muhayatun, and Natalia Adventini

*Center of Nuclear Technology for Material and Radiometry, National Nuclear Energy Agency (BATAN),
Jl. Tamansari 71 Bandung*

Received March 20, 2009; Accepted June 18, 2009

ABSTRACT

Neutron activation analysis (NAA) is a nuclear technique that is excellent, multi-elemental, sensitive and has limit detection up to nanogram level. The application of NAA in analysis of Standard Reference Material (SRM) National Institute of Standard Technology (NIST) 1633b Coal Fly Ash and SRM NIST 1646a Estuarine Sediment was carried out for NAA laboratory inter-comparison program. The samples were distributed by Technology Centre for Nuclear Industry Material, National Nuclear Energy Agency as a coordinator of the inter-comparison program. The samples were irradiated in rabbit facility of G.A. Siwabessy reactor with neutron flux $\sim 10^{13} \text{ n.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$, and counted with HPGe spectrometry gamma detector. Several trace elements in these samples were detected. The concentration of Al, Mg, K, Na and Ti in SRM NIST 1633b were 15.11, 7.35, 2.09, 0.192 and 0.756% respectively and the concentration of As, Cr, Mn, Se, V, Sb, Co, Cs, La, Sc and Sm were 137.0, 195.6, 129.4, 9.61, 305.8, 5.45, 56.2, 11.18, 83.73, 41.1 and 19.13 mg/kg respectively. The analysis result in SRM NIST 1646a of the concentration of Al and Na were 2.15 and 0.70% and the concentration of As, Cr, Co, La and Sc were 5.75, 36.3, 4.58, 15.67 and 4.00 mg/kg respectively. These results analysis had relative bias and u-test ranged from 0.4-11.3% and 0.15-2.25. The accuracy and precision evaluation based on International Atomic Energy Agency (IAEA) criteria was also applied. The result showed that NAA technique is applicable for the environmental samples analysis, and it also showed that the NAA laboratory in BATAN Bandung has a good performance.

Keywords: NAA, inter-comparison, estuarine sediment, coal fly ash, environmental samples

PENDAHULUAN

Permasalahan lingkungan akibat berbagai aktivitas industri dan transportasi semakin meningkat. Demikian pula perhatian berbagai pihak terhadap permasalahan ini. Terkait dengan tuntutan penyelesaian permasalahan lingkungan, sangat penting dilakukan analisis terhadap berbagai sampel lingkungan seperti sampel partikulat udara, air, tanah, sedimen dan sampel biologi lainnya. Hal ini bertujuan agar dapat diketahui secara pasti karakteristik sampel lingkungan tersebut sehingga dapat dijadikan dasar dalam melakukan tindakan preventif dan penanggulangannya [1].

Untuk memperoleh hasil analisis yang akurat dan presisi diperlukan suatu metode analisis yang valid dan terpercaya. Analisis aktivasi neutron (AAN) merupakan salah satu teknik analisis nuklir yang memiliki keunggulan, non desktrutif, multi elemen, sensitif dan limit deteksi mencapai orde nanogram. Teknik ini mampu menganalisis unsur-unsur runutan dalam berbagai matriks sampel [2]. Aplikasi teknik AAN pada berbagai sampel lingkungan telah berkembang secara pesat dan memiliki keunggulan jika dibandingkan

dengan metode analisis konvensional lain diantaranya mampu menganalisis sampel meskipun bobot yang sangat kecil ~ 10 mg dan jumlah sampel dapat mencapai ratusan atau lebih [3].

Laboratorium AAN di BATAN Bandung telah mengimplementasikan sistem mutu berdasarkan ISO/IEC 17025:2005, dan telah mendapatkan akreditasi dari Komite Akreditasi Nasional. Untuk menjamin mutu hasil pengujian yang merupakan salah satu persyaratan dalam ISO/IEC 17025:2005, dilakukan uji banding antar laboratorium [4]. Uji banding antar laboratorium umumnya digunakan sebagai alat untuk karakterisasi sampel yang akan dijadikan standar, dan juga dapat menggambarkan kondisi unjuk kerja suatu laboratorium [5]. Pada kegiatan ini, laboratorium AAN di BATAN Bandung (Laboratorium Teknik Analisis Radiometri – TAR) mengikuti uji banding antar laboratorium AAN di lingkungan BATAN untuk mengukur unjuk kerja laboratorium dalam analisis sampel lingkungan, menjamin mutu hasil pengujian dan meningkatkan kemampuan analisis unsur runutan serta meningkatkan

* Corresponding author. Tel/Fax : +62-22-250-3997/4081
Email address : diahdwiana@batan-bdg.go.id

kerjasama antar laboratorium AAN di lingkungan BATAN [6].

Teori AA – Analisis Aktivasi Neutron

Dasar dari teknik AAN adalah suatu analisis unsur yang didasarkan pada suatu pengukuran radioaktivitas imbas jika suatu cuplikan diiradiasi dengan neutron [7]. Besarnya radioaktivitas imbas dinyatakan dengan persamaan:

$$A = N\rho\sigma(1 - e^{-0.693t_i/T}) \cdot e^{-0.693t_d/T} \quad (1)$$

dimana A adalah radioaktivitas imbas pada saat iradiasi selesai (*disintegration per second*), N adalah jumlah atom yang diiradiasi dalam sampel, ϕ adalah fluks neutron ($\text{neutron cm}^{-2} \text{ detik}^{-1}$), σ adalah tumpang lintang serapan neutron (cm^2), t_i adalah waktu iradiasi (detik), t_d adalah waktu peluruhan (detik) dan T adalah waktu paruh radionuklida yang terbentuk (detik) [7,8].

Dalam kegiatan ini, digunakan teknik analisis aktivasi neutron dengan metode pembanding. Pada metode ini, standar dan sampel diiradiasi bersama-sama sehingga diperoleh kondisi yang sama pada saat iradiasi. Sehingga kadar unsur dalam sampel dapat dihitung dengan membandingkan aktivitas sampel (A_{sampel}) dengan aktivitas standar (A_{std}) yang diketahui kadarnya. Kadar unsur dalam sampel dihitung dengan persamaan di bawah ini [7]:

$$W_{\text{sampel}} = W_{\text{std}} \frac{A_{\text{sampel}}}{A_{\text{std}}} \quad (2)$$

dimana W_{sampel} adalah berat sampel sedangkan W_{std} adalah berat standar.

Penilaian uji banding mengacu pada uji profisiensi yang dilakukan oleh IAEA [9]. Uji statistik yang digunakan antara lain bias relatif, *u-test*, akurasi dan presisi.

$$\text{bias relatif} = \frac{\text{nilai analis} - \text{nilai sertifikat}}{\text{nilai sertifikat}} \times 100\% \quad (3)$$

$$\mu_{\text{test}} = \frac{|\text{nilai sertifikat} - \text{nilai analis}|}{\sqrt{\text{unc}_{\text{sertifikat}}^2 + \text{unc}_{\text{analisis}}^2}} \quad (4)$$

dengan unc adalah nilai ketidakpastian

$$\text{rasio} = \frac{\text{nilai analis}}{\text{nilai sertifikat}} \quad (5)$$

Untuk acuan nilai *u-test* terhadap status hasil analisis terhadap nilai sertifikat dirangkum pada Tabel 1.

Kriteria hasil pengujian yang **diterima**:

Akurasi hasil pengujian **Iulus** bila nilai $A \leq B$ dimana :

$$A = |\text{nilai sertifikat} - \text{nilai analis}| \quad (6)$$

$$B = 1,95 \times \sqrt{\text{unc}_{\text{sertifikat}}^2 + \text{unc}_{\text{analisis}}^2} \quad (7)$$

Tabel 1. Nilai *μ-test* dan statusnya[9]

No	Nilai	Status Hasil Analisis terhadap nilai sertifikat
1	$\mu < 1,64$	Hasil yang dilaporkan tidak beda nyata dari nilai sertifikat
2	$1,95 > \mu > 1,64$	Hasil yang dilaporkan kemungkinan tidak beda nyata dengan nilai sertifikat
3	$2,58 > \mu > 1,95$	Tidak jelas beda nyata antara hasil yang dilaporkan dengan nilai sertifikat
4	$3,29 > \mu > 2,58$	Hasil yang dilaporkan kemungkinan beda nyata dari nilai sertifikat
5	$\mu > 3,29$	Hasil yang dilaporkan beda nyata dari nilai sertifikat

Presisi hasil pengujian **Iulus** bila nilai $C \leq D$ dimana :

$$C = \sqrt{\left(\frac{\text{unc}_{\text{sertifikat}}}{\text{nilai}_{\text{sertifikat}}}\right)^2 + \left(\frac{\text{unc}_{\text{analisis}}}{\text{nilai}_{\text{analisis}}}\right)^2} \times 100\% \quad (8)$$

$$D = \sqrt{\left(\frac{\text{unc}_{\text{sertifikat}}}{\text{nilai}_{\text{sertifikat}}}\right)^2 + (\sigma_H)^2} \times 100\% \quad (9)$$

$$\sigma_H = 0,02 \times c^{0,8495} \quad (10)$$

c adalah konsentrasi unsur yang tercantum dalam sertifikat. Hasil pengujian **diterima** bila akurasi dan presisi kedua-duanya lulus.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah standar campuran dari berbagai unsur tunggal tritisol E-Merck, sampel abu terbang dan sampel sedimen serta vial polietilen Bel Art ukuran 0.273 mL.

Alat

Peralatan yang digunakan adalah fasilitas iradiasi Rabbit System Reaktor G.A. Siwabessy Serpong, spektrometer gamma multi saluran dengan detektor HPGe Canberra yang memiliki resolusi 1,88 keV pada energi 1332 keV untuk ^{60}Co , peak to Compton rasio 42 dan relatif efisiensi 12%.

Prosedur Kerja

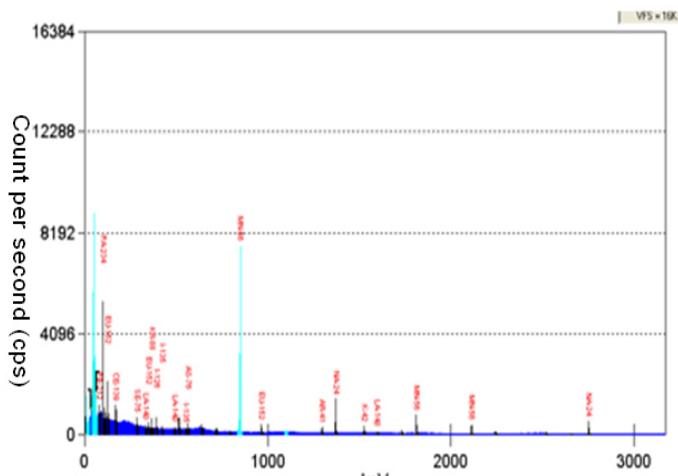
Preparasi

Sampel abu terbang dan sampel sedimen (yang tidak diketahui jenisnya secara spesifik) masing-masing sebanyak 3 g diperoleh dari Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) selaku koordinator uji banding antar laboratorium. Jenis kedua sampel baru diketahui setelah laporan hasil evaluasi uji banding an-

Tabel 2. Hasil analisis, bias relatif, μ -test dan rasio SRM NIST 1633b Coal Fly Ash

No	Unsur	Sertifikat (mg/kg) ^[10]		Analisis (mg/kg)		Bias relatif %	μ -test	RASIO (Analisis/Sertifikat)
		nilai	unc	nilai	unc			
1	Al*	15,05	0,27	15,11	0,31	0,4	0,15	1,00
2	Fe*	7,78	0,23	7,35	0,02	5,6	1,86	0,94
3	K*	1,95	0,03	2,09	0,06	7,0	2,09	1,07
4	Na*	0,201	0,003	0,192	0,003	4,5	2,12	0,96
5	Ti*	0,791	0,014	0,755	0,018	4,6	1,58	0,95
6	As	136,2	2,6	137,0	0,9	0,6	0,29	1,01
7	Cr	198,2	4,7	195,6	2,3	1,3	0,50	0,99
8	Mn	131,8	1,7	129,4	0,7	1,8	1,31	0,98
9	Se	10,26	0,17	9,61	0,59	6,3	1,06	0,94
10	V	295,7	3,6	305,8	18,5	3,4	0,54	1,03
11	Co	50	-	56,2	0,6	12,40	-	1,12
12	Cs	11	-	11,18	0,02	1,6	-	1,02
13	Sb	6	-	5,45	0,58	9,2	-	0,91
14	Sc	41	-	41,1	0,24	0,2	-	1,00
15	Sm	20	-	19,13	0,04	4,4	-	0,96
16	La	94	-	83,73	0,67	10,9	-	0,89

Keterangan: * dalam satuan %



Tabel 3. Nilai akurasi, presisi dan keberterimaan IAEA untuk SRM NIST 1633b Coal Fly Ash

No	Unsur	AKURASI			PRESISI			STATUS
		A	B	Status	C	D	Status	
1	Al	0,06	0,80	lulus	2,7	10,8	lulus	Diterima
2	Fe	0,43	0,45	lulus	3,0	12,2	lulus	Diterima
3	K	0,1	0,1	lulus	3,3	14,4	lulus	Diterima
4	Na	0,01	0,01	lulus	2,0	20,6	lulus	Diterima
5	Ti	0,04	0,04	lulus	3,0	16,8	lulus	Diterima
6	As	0,8	5,35	lulus	2,0	7,9	lulus	Diterima
7	Cr	2,6	10,18	lulus	2,6	7,6	lulus	Diterima
8	Mn	2,4	3,56	lulus	1,4	7,8	lulus	Diterima
9	Se	0,7	1,20	lulus	6,4	11,5	lulus	Diterima
10	V	10,1	36,81	lulus	6,2	6,9	lulus	Diterima

Tabel 4. Hasil analisis, bias relatif, μ -test dan rasio SRM NIST 1646a Estuarine Sediment

No	Unsur	Sertifikat (mg/kg) ^[11]		Analisis (mg/kg)		Bias relatif %	μ -test	RASIO (Analisis/Sertifikat)
		kadar	unc	kadar	unc			
1	Al*	2,297	0,018	2,150	0,073	6,4	1,93	0,94
2	Na*	0,741	0,017	0,705	0,005	4,8	2,03	0,95
3	As	6,23	0,21	5,75	0,27	7,7	1,40	0,92
4	Cr	40,9	1,9	36,3	0,8	11,3	2,23	0,89
5	Co	5	-	4,58	0,14	8,4	-	0,92
6	La	17	-	15,67	0,64	7,8	-	0,92
7	Sc	5	-	4,00	0,03	20	-	0,80

Keterangan: * dalam satuan %

15,11; 7,35; 2,09; 0,192 dan 0,755%, sedangkan untuk unsur As, Cr, Mn, Se, V, Sb, Co, Cs, La, Sc dan Sm masing-masing sebesar 137,0; 195,6; 129,4; 9,61; 305,8; 5,45; 56,2; 11,18; 83,73; 41,1 dan 19,13 mg/kg.

Hasil analisis konsentrasi unsur, bias relatif, μ -test dan rasio dirangkum pada Tabel 2. Bias relatif berkisar antara 0,4-7,0% dari sepuluh unsur yang *certified* Al, Fe, K, Na, Ti, As, Cr, Mn, Se dan V, μ -test berkisar antara 0,15-2,12%. Unsur Al, Ti, As, Cr, Mn, Se dan V memiliki nilai μ -test <1,64, unsur Fe μ -test <1,95, sedangkan untuk unsur K dan Na adalah 2,58> μ >1,95.

Nilai akurasi dan presisi berdasarkan standar IAEA juga diberlakukan pada hasil analisis ini, dirangkum pada Tabel 3. Dari Tabel tersebut dapat diketahui bahwa hasil analisis untuk semua unsur *certified* memenuhi persyaratan keberterimaan IAEA. Sedangkan untuk unsur-unsur *non-certified* seperti Co, Cs, Sb, Sc, Sm dan La memiliki bias relatif dengan rentang 0,2-12,4%. Hal ini menunjukkan hasil analisis cukup memuaskan karena tidak berbeda secara signifikan dengan nilai sertifikat.

SRM NIST 1646a Estuarine Sediment

Dari analisis sampel SRM sedimen diperoleh kadar unsur Al dan Na sebesar 2,15 dan 0,70% sedangkan

kadar unsur As, Cr, Co, La dan Sc masing-masing sebesar 5,75; 36,3; 4,58 ; 15,67 dan 4,00 mg/kg. Hasil analisis konsentrasi unsur, bias relatif, μ -test dan rasio dirangkum pada Tabel 4. Bias relatif berkisar antara 4,8-11,3% dari empat unsur yang *certified* Al, As, Na dan Cr, μ -test berkisar antara 1,40-2,25, hanya unsur As dengan μ -test <1,64 atau tidak beda nyata antara hasil analisis dengan nilai sertifikat. Unsur Al memiliki μ -test<1,95, kemungkinan tidak ada beda nyata antara hasil dengan nilai sertifikat, sedangkan unsur Na dan Cr memiliki μ -test antara 1,95-2,58, tidak jelas beda antara hasil dengan nilai sertifikat.

Nilai akurasi dan presisi berdasarkan standar IAEA juga diberlakukan pada hasil analisis sampel SRM *estuarine sediment*, dirangkum pada Tabel 5. Dari Tabel tersebut dapat diketahui bahwa unsur Na dan Cr tidak memenuhi kriteria keberterimaan IAEA, sekalipun nilai presisi untuk semuanya dinyatakan lulus, tetapi nilai akurasinya tidak memenuhi persyaratan.

Dari hasil analisis akurasi dan presisi tersebut, suatu tindakan perbaikan sekaligus pencegahan agar tidak terjadi kembali ketidaksesuaian hasil pengujian perlu dilakukan sesuai persyaratan ISO/IEC 17025:2005 [4]. Evaluasi terhadap hasil telah dilakukan dengan meninjau kembali hasil pengujian dan perhi-

Tabel 5. Nilai akurasi, presisi dan keberterimaan IAEA untuk SRM NIST 1646a *Estuarine Sediment*

No	Unsur	AKURASI			PRESISI			STATUS
		A	B	Status	C	D	Status	
1	Al	0,15	0,15	Lulus	3,5	14,3	Lulus	diterima
2	Na	0,04	0,03	tidak lulus	2,4	17,0	Lulus	ditolak
3	As	0,48	0,67	Lulus	5,8	12,7	Lulus	diterima
4	Cr	4,60	4,01	tidak lulus	5,1	10,4	Lulus	ditolak

Tabel 6. Re-evaluasi nilai-nilai pada SRM NIST 1646a *Estuarine Sediment*

No	Unsur	μ -test	AKURASI			PRESISI			STATUS
			A	B	Status	C	D	Status	
1	Al	1,04	0,15	0,28	Lulus	6,6	14,1	Lulus	Diterima
2	Na	1,83	0,036	0,038	Lulus	2,7	16,9	Lulus	Diterima
3	As	0,83	0,48	1,13	Lulus	9,9	12,6	Lulus	Diterima
4	Cr	1,85	4,60	4,84	Lulus	6,4	10,3	Lulus	Diterima

tungan kadar unsur. Tindakan perbaikan/pencegahan dengan mencari akar permasalahan menunjukkan bahwa nilai ketidakpastian yang dilaporkan masih menggunakan faktor cakupan 1. Selanjutnya dilakukan re-evaluasi perhitungan ulang menggunakan faktor cakupan 2 dengan tingkat kepercayaan 95%, menunjukkan hasil bahwa semua unsur memenuhi kriteria keberterimaan IAEA, seperti dirangkum pada Tabel 6. Sebagai tindakan pencegahan di masa yang akan datang perlu dicermati kembali pelaporan hasil pengujian terkait dengan faktor cakupan ketidakpastian. Untuk unsur-unsur *non-certified* seperti Co, La dan Sc memiliki bias relatif antara 7,8-20%. Ketiga unsur ini tidak dapat dievaluasi lebih lanjut karena sertifikat tidak memuat ketidakpastian, tetapi dari nilai bias tersebut dapat terlihat bahwa nilai analisis ketiga unsur tersebut tidak berbeda secara nyata dengan nilai sertifikat.

KESIMPULAN

Aplikasi teknik AAN pada analisis sampel SRM lingkungan NIST 1633b *Coal Fly Ash* dan NIST 1646a *Estuarine Sediment* dalam rangka uji banding antar laboratorium AAN di lingkungan BATAN telah diikuti oleh laboratorium TAR, BATAN Bandung. Untuk SRM NIST 1633b terdeteksi 16 unsur, sedangkan untuk SRM NIST 1646a, mampu terdeteksi 7 unsur. Evaluasi terhadap parameter bias relatif, μ -test, rasio, akurasi dan presisi menunjukkan hasil yang baik dan memenuhi kriteria keberterimaan IAEA. Hal ini menunjukkan bahwa teknik AAN dapat diaplikasikan dalam analisis sampel lingkungan dan juga dapat dijadikan sebagai bukti penerapan sistem mutu ISO/IEC 17025:2005 dalam menjamin mutu hasil pengujian.

DAFTAR PUSTAKA

- Chung, Y.S., Jeong, E.S., and Cho, S.Y., 1997, *J. Radioanal. and Nucl. Chem.*, 217, 1, 71-76.
- Glascock, M.D., 2004, University of Missouri Research Reactor (MURR), Columbia, MO. Website: http://archaeometry.missouri.edu/naa_overview.html
- Cohen, D.D., Bailey, G.M., and Kondepudi, R., 1996, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. B.*, 109/110, 218-226.
- Anonim, ISO/IEC 17025:2005, *Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi*, 2005.
- Zeiller, E., Campbell, M.J., and Robert D., 1997, *J. Anal. At. Spectrom.*, 12, 1011-1015.
- Yusuf, S., Rukihati, dan Kuntoro, I., 2008, *Prosiding Seminar Nasional AAN 2008*, Forum AAN Indonesia, Bandung.
- Ehmann, W.D., Diane E., and Vance, 1991, *Radiochemistry and Nuclear Methods of Analysis*. John Wiley & Sons, Inc. Volume 116. New York.
- Susetyo, W., 1984, *Diktat Instrumentasi Kimia II Spektrometri Gamma*, Pusdiklat BATAN, Jakarta.
- Anonymous, IAEA, 2003, *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.
- Anonymous, National Institute of Standards Technology, December 2004. Certificate of SRM NIST 1633b *Coal Fly Ash*.
- Anonymous, National Institute of Standards Technology, 2004. Certificate of SRM NIST 1646a *Estuarine Sediment*.