

ANALISIS PENGAKTIVAN NEUTRON^{*)}

Sunarhadijoso Soenarjo,
Pusat Radioisotop dan Radiofarmaka (PPR), BATAN
Kawasan Puspiptek, Tangerang, Banten.

ABSTRAK

ANALISIS PENGAKTIVAN NEUTRON. Analisis Pengaktifan Neutron (APN) adalah salah satu analisis unsur yang berbasis pada karakter keradioaktifan yang terjadi bila suatu nuklida diirradiasi dengan neutron termal. Teknik analisis ini merupakan salah satu pemanfaatan teknik nuklir dalam bidang analisis kimia. Dibandingkan dengan teknik analisis unsur yang berbasis pada teknik non-nuklir, APN mempunyai beberapa keunggulan walaupun tidak selalu dapat dilakukan di setiap laboratorium kimia analisis. Tulisan ini menyajikan tinjauan mengenai prinsip dasar, pengelompokan, metodologi, serta cara perhitungan dalam teknik APN dan disertai pula dengan bahasan berbagai faktor yang harus dipertimbangkan dan diperhatikan dalam melakukan APN. Secara umum, sajian yang disampaikan ini diharapkan dapat memberikan pandangan positif serta menambah pemahaman tentang manfaat teknik nuklir dalam kehidupan sehari-hari, terutama mengenai prinsip, tahapan proses serta cara interpretasi dan data analisis pengaktifan neutron.

Kata kunci : Analisis pengaktifan neutron, aplikasi teknik nuklir, radioaktivitas, spektrometri γ , metode Kayzero.

ABSTRACT

NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS. Neutron Activation Analysis (NAA) is an element analysis based on radioactivity characters induced by thermal neutron irradiation on target nucleus. This technique is one of the utilizations of nuclear technique in the field of chemical analysis. As compared to the non-nuclear technique based analytical method, the NAA can be superior although it can only be performed in certain analytical chemistry laboratory due to the requirement and regulation on radiation protection. The presented paper is to give brief introduction on basic principle, grouping, methodology as well as data interpretation and calculation of the NAA method. Some important aspects in connection with implementation of NAA are also discussed. In general, this paper is expected to give positive insight and understanding on the application of nuclear techniques in the daily life, especially concerning to principle, procedure and data interpretation of NAA.

keywords: Neutron activation analysis, application of nuclear techniques, radioactivity, γ -spectrometry, Kayzero method.

^{*)} Substansi dari makalah ini telah disajikan pada Workshop Peningkatan Kemampuan Instruktur Laboratorium, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Cilegon, 3 Maret 2008.

PENDAHULUAN

Analisis Pengaktifan Neutron, atau disingkat dengan APN, (= NAA, *Neutron Activation Analysis*) adalah suatu teknik analisis unsur yang didasarkan pada terjadinya pemancaran radiasi γ bila nuklida suatu unsur menangkap dan/atau bereaksi dengan neutron termal (neutron dengan energi kinetik kurang dari 0,1 keV). Teknik ini merupakan salah satu pemanfaatan teknik nuklir di bidang analisis kimia, di samping teknik analisis lainnya seperti analisis pengenceran radioisotop dan *radioimmunoassay*.

Metode APN dapat digunakan untuk tujuan analisis kualitatif maupun kuantitatif. Teknik ini juga dapat digunakan untuk analisis secara serentak untuk beberapa unsur sekaligus tanpa terganggu oleh bentuk kimiawi masing-masing unsur maupun kemiripan atau perbedaan sifat kimia unsur-unsur yang dianalisis. Hal ini disebabkan karena interaksi nuklida unsur dengan neutron menghasilkan radionuklida yang mempunyai sifat karakteristik meliputi antara lain energi radiasi yang dipancarkan dan waktu paruh.

Di samping itu, APN juga mempunyai kepekaan atau sensitivitas yang tinggi (dapat menentukan kandungan unsur dalam jumlah yang sangat kecil) serta memerlukan volume cuplikan yang kecil (cukup dalam orde μL). Beberapa unsur dapat dideteksi dan ditentukan dalam jumlah 10^{-9} - 10^{-14} gram, suatu

kepekaan yang sukar atau tidak dapat dicapai dengan cara-cara analisis yang lain. Bahkan teknik APN dinyatakan mampu mendeteksi dan menentukan kandungan unsur pada tingkat runutan dan ultra-runutan untuk tidak kurang dari 75 macam unsur [1]. Hal ini tidak terlepas dari perkembangan teknik instrumentasi pengukuran radiasi, misalnya spektrometer γ , yang menjadi alat ukur atau penganalisis di dalam teknik APN. Dengan kepekaan yang tinggi dan teknik pengerjaan yang sederhana, APN dapat digunakan untuk analisis dan penetapan unsur mayor, minor maupun runutan dalam berbagai contoh bahan biologis, bahan geologik, bahan industri, lingkungan dan sebagainya. Pengukuran secara simultan terhadap satu jenis bahan cuplikan memungkinkan hasil informasi kandungan 30 sampai 40 macam unsur dalam cuplikan tersebut [1,2].

Teknik APN ini diperkenalkan pertama kali oleh Hevesy dan Levi pada tahun 1936 ketika melakukan penelitian yang menunjukkan bahwa paparan neutron pada bahan yang mengandung unsur tanah jarang menghasilkan keradoaktifan yang sangat tinggi. Dari pengamatan timbulnya keradioaktifan tersebut, mereka melihat potensi pemanfaatan reaksi nuklir untuk penetapan kandungan unsur dalam suatu cuplikan [3,4].



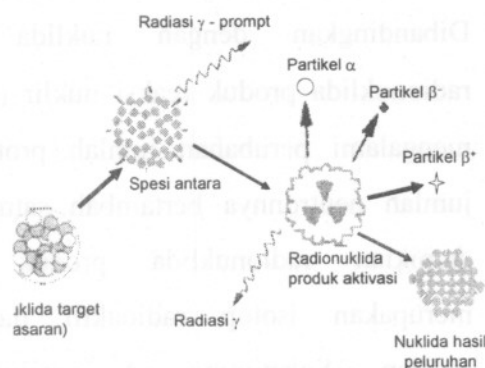
Tulisan ini memberikan gambaran mengenai prinsip dasar, pengelompokan, metodologi, serta cara perhitungan dalam teknik APN dan disertai pula dengan bahasan berbagai faktor yang perlu diperhatikan dalam melakukan APN. Materi yang disajikan ini diharapkan dapat memberikan pandangan positif serta menambah pemahaman tentang manfaat teknik nuklir dalam kehidupan sehari-hari, terutama mengenai prinsip, tahapan proses serta cara interpretasi dan data analisis pengaktifan neutron.

PRINSIP DASAR APN

Apabila suatu nuklida unsur/atom diiradiasi dengan neutron termal maka terjadi reaksi inti penangkapan neutron yang menghasilkan spesi antara, yang sangat tidak stabil dan berada pada tingkat energi eksitasi yang sesuai dengan energi ikat neutron dengan nuklida sasaran tersebut. Dalam orde waktu yang sangat singkat, spesi antara tersebut mengalami deeksitasi tingkat energi disertai dengan pemancaran radiasi γ yang disebut dengan radiasi γ - prompt (*prompt- γ*) dan terjadi transformasi inti menghasilkan nuklida radioaktif (=radionuklida). Iradiasi dengan neutron termal yang diikuti dengan emisi radiasi γ -prompt tersebut dinyatakan sebagai reaksi nuklir $A(n,\gamma)A^*$ dengan A adalah nuklida sasaran (= nuklida yang diiradiasi) dan A^* adalah radionuklida yang dihasilkan.

Dibandingkan dengan nuklida sasaran, radionuklida produk reaksi nuklir (n,γ) tidak mengalami perubahan jumlah proton tetapi jumlah neutronnya bertambah satu. Dengan demikian radionuklida produk tersebut merupakan isotop radioaktif dari unsur sasaran. Selanjutnya A^* meluruh dan memancarkan radiasi γ atau partikel α atau partikel β^+ atau partikel β^- atau gabungan dari keempatnya. Dalam kaitannya dengan APN, radiasi γ yang menyertai peluruhan ini disebut radiasi γ -tunda (*delayed- γ*). Hasil peluruhan adalah nuklida baru, mungkin masih radioaktif tetapi mungkin pula berupa nuklida yang stabil.

Pada Gambar 1, secara sederhana ditunjukkan reaksi nuklir yang terjadi bila nuklida sasaran diiradiasi atau diaktivasi dengan neutron termal. Radionuklida produk aktivasi merupakan isotop radioaktif dari nuklida sasaran. Jenis radiasi yang dibebaskan dari peluruhan radionuklida produk aktivasi merupakan salah satu karakteristik dari radionuklida tersebut. Di antara ke empat radiasi nuklir yang mungkin dipancarkan oleh radionuklida produk aktivasi, radiasi γ merupakan yang paling penting dalam teknik APN, karena radiasi γ inilah yang selanjutnya dideteksi dan menjadi variabel yang karakteristik di dalam APN.



Gambar 1. Reaksi nuklir bila nuklida sasaran diiradiasi dengan neutron termal.

Jumlah nuklida radioaktif yang dihasilkan sebanding dengan jumlah nuklida sasaran dan sebanding dengan jumlah keradioaktifan yang terukur. Dengan mengasumsikan bahwa fluks neutron termal adalah homogen dan tetap maka pada akhir iradiasi (*end of irradiation, EOI*) dihasilkan keradioaktifan (A_{EOI}) sebesar :

$$A_{EOI} = \phi \cdot \sigma \cdot W/A_R \cdot N \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot t_{ir}}) \quad (1)$$

A_{EOI} : keradioaktifan produk (Bq = dps)

ϕ : fluks neutron termal ($n \cdot cm^{-2} \cdot det^{-1}$)

σ : penampang lintang reaksi atom sasaran dengan neutron termal ($barn \times 10^{-24}$)

W/A_R : jumlah mol isotop sasaran dengan W = bobot isotop sasaran dalam cuplikan (gram) dan A_R = massa isotop relatif (gram/mol)

N : bilangan Avogadro ($= 6,023 \cdot 10^{23}$)

λ : konstanta peluruhan radioisotop produk

t_{ir} : lama waktu iradiasi.

Pada dasarnya besaran A_{EOI} tidak dapat diukur secara langsung. Yang dapat diukur adalah keradioaktifan produk pada waktu t_p dengan t_p adalah selang waktu terhitung dari EOI sampai saat pengukuran.

$$A_{tp} = A_{EOI} \cdot e^{-\lambda \cdot t_p} \quad (2)$$

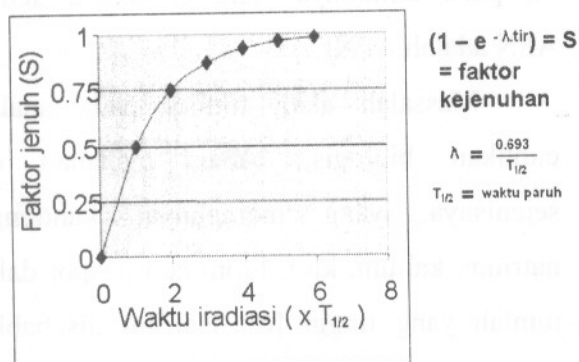
$$A_{tp} = \phi \cdot \sigma \cdot W/A_R \cdot N \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot t_{ir}}) \cdot e^{-\lambda \cdot t_p} \quad (3)$$

Alat ukur spektrometer γ menghasilkan ukuran besaran keradioaktifan tidak dalam Bq (Bequerrel, sama dengan dps = peluruhan per detik) melainkan dalam satuan cps (cacah per detik, cacah per satuan waktu). Satuan cps ini sebanding dengan satuan keradioaktifan Bq (= dps) dengan faktor pembanding efisiensi pencacahan (= Eff) yang merupakan karakteristik instrumen pengukuran pada kondisi dan posisi pengukuran yang tetap.

$$cps = Eff \times dps \quad (4)$$

Faktor $(1 - e^{-\lambda \cdot t_{ir}})$ dalam persamaan (1) dan persamaan (3) disebut sebagai faktor kejenuhan (= S) dan diperlukan untuk dapat menentukan waktu iradiasi yang optimum yang dinyatakan dengan menetapkan harga $S = 1$, seperti ditunjukkan pada Gambar 2. Namun biasanya dalam APN faktor kejenuhan ini tidak terlalu menjadi pertimbangan, kecuali bila waktu paruh radionuklida yang diinginkan

sangat pendek. Faktor kejenuhan lebih menjadi perhatian dalam iradiasi untuk tujuan produksi radioisotop dari bahan sasaran tunggal.



Gambar 2. Faktor kejenuhan pada pertumbuhan keradioaktifan selama iradiasi.

Dalam cuplikan yang mengandung berbagai macam unsur maka waktu iradiasi (t_{ir}) dan selang waktu terhitung dari EOI sampai saat pengukuran (t_p) serta lama waktu pengukuran (pencacahan) perlu dipertimbangkan dengan baik agar pelaksanaan analisis unsur yang diinginkan dapat dilakukan sesuai kebutuhan [5]. Pada dasarnya lama waktu pengukuran sangat tergantung pada waktu paruh dan besar keradioaktifan radionuklida yang diukur. Di sisi lain, semakin panjang waktu paruh radionuklida produk akan semakin panjang waktu iradiasi yang diperlukan, sementara semakin pendek waktu paruh akan semakin cepat menurunnya keradioaktifan sebagai akibat dari proses peluruhan yang semakin cepat.

Seperti halnya cara-cara analisis kuantitatif lainnya, analisis kuantitatif dengan teknik APN juga memerlukan cuplikan standar sebagai pembanding. Dalam proses penyinaran (iradiasi), cuplikan standar harus disinari dalam wadah yang sama dan posisi sejajar dengan cuplikan yang dianalisis agar masing-masing menerima fluks neutron yang sama dengan waktu iradiasi yang juga sama.

PENGELOMPOKAN TEKNIK APN

Secara umum teknik APN dikelompokkan berdasarkan 2 macam kategori. Yang pertama berdasarkan jenis radiasi γ yang diukur, dan kedua berdasarkan ada tidaknya perlakuan pemisahan komponen cuplikan sebelum proses pengukuran.

Pengelompokan APN berdasarkan jenis radiasi γ

Berdasarkan jenis radiasi γ yang diukur, teknik APN dikategorikan dalam APN- γ -prompt yang memanfaatkan radiasi γ -prompt, dan APN- γ -tunda yang memanfaatkan radiasi γ dari peluruhan radionuklida produk aktivasi[3,4]. Di dalam APN- γ -prompt, deteksi dan pengukuran dilakukan selama proses aktivasi. Teknik ini biasanya menggunakan berkas neutron yang diekstraksi melalui suatu pintu berkas neutron dalam reaktor sehingga fluks neutron yang digunakan jauh lebih rendah dari fluks neutron di dalam teras

reaktor, yaitu sekitar seperseratus dari fluks neutron di teras reaktor. Karena itu teknik APN- γ -prompt lebih banyak dilakukan untuk analisis unsur yang mempunyai penampang lintang penyerapan neutron yang tinggi, misalnya B, Cd, Sm, dan Gd, unsur yang dalam aktivasi menghasilkan radionuklida dengan waktu paruh yang sangat pendek atau radionuklida yang meluruh dengan memancarkan radiasi γ energi rendah.

Dalam APN- γ -tunda, deteksi dan pengukuran dilakukan setelah selesai aktivasi dalam periode waktu peluruhan radionuklida produk aktivasi. Teknik yang kedua ini lebih menjadi pilihan yang umum sehingga sebutan APN biasanya dimaksudkan sebagai APN- γ -tunda.

Pengelompokan APN berdasarkan ada tidaknya proses pemisahan

Pengelompokan APN dalam kategori ini juga ada dua macam, yaitu APN instrumental (APNI) dan APN radiokimia (APNR). Di dalam teknik APNI tidak dilakukan pemisahan sama sekali. Setelah iradiasi (aktivasi), dengan atau tanpa tahapan pendinginan pasca iradiasi, cuplikan dapat langsung diukur. Keradioaktifan yang ada tidak saling mengganggu pelaksanaan deteksi dan pengukuran masing-masing. Dewasa ini peralatan analisis APN umumnya telah dilengkapi dengan sistem pengolah data secara

otomatis dan terkomputasi. Teknik APNI lebih menjadi pilihan banyak orang karena jauh lebih sederhana dan mudah dilakukan, sehingga dalam hubungannya dengan kategori ini pada umumnya yang dimaksud dengan APN adalah APNI.

Massalah akan timbul pada analisis cuplikan biologis, bahan makanan dan sejenisnya, yang mempunyai kandungan natrium, kalium, klor, brom dan pospor dalam jumlah yang tinggi [6]. Hal ini disebabkan karena pengaktifan unsur-unsur tersebut dengan neutron akan menghasilkan keradioaktifan yang tinggi yang dapat menutupi ("menenggelamkan") keradioaktifan yang berasal dari unsur runtuhan yang dianalisis. Untuk itu teknik APNR merupakan solusi yang baik walaupun memerlukan proses pemisahan radiokimia pra-analisis. Secara umum APNR diperlukan bila proses iradiasi menghasilkan radionuklida dengan keradioaktifan tinggi dalam perbedaan orde yang besar dengan keradioaktifan radionuklida lain yang akan dianalisis. Perbedaan skala keradioaktifan atau angka cacahan yang besar akan menimbulkan perbedaan ketelitian yang besar pula dalam hasil analisis yang diperoleh.

Untuk memudahkan pemisahan radiokimia dalam teknik APNR, setelah proses pendinginan pasca iradiasi, maka cuplikan analit (baik dalam bentuk yang diserapkan

pada kertas saring atau dalam bentuk preparasi lainnya) dilarutkan kembali dalam pelarut yang sesuai dan kemudian ditambahkan sejumlah pengemban sebelum dilakukan proses pemisahan. Spesi kimiawi pengemban yang ditambahkan harus sesuai dengan unsur yang akan dipisahkan dan dimaksudkan agar kandungan unsur yang dimaksudkan berada dalam jumlah yang memungkinkan dilakukan pemisahan kimia. Selanjutnya proses pemisahan radiokimia dapat dilakukan dengan teknik yang sesuai, misalnya pengendapan, kromatografi, ekstraksi, elektrokimia dan sebagainya. Masing-masing fraksi yang dipisahkan maupun yang tertinggal, bila diperlukan untuk dianalisis, selanjutnya diukur dan ditentukan dalam geometris yang sama dengan cuplikan standar.

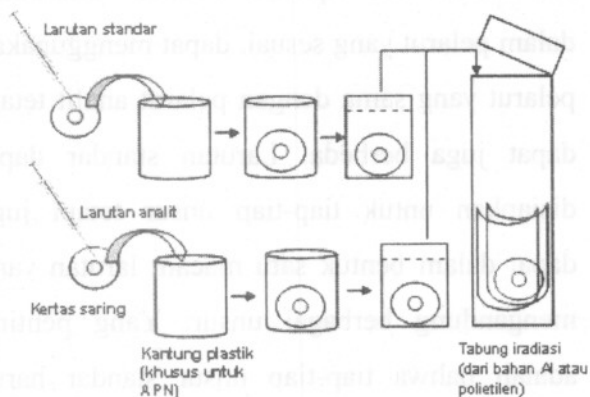
METODOLOGI

Penyiapan cuplikan dan persiapan iradiasi

Cuplikan analit (bahan yang akan dianalisis) dilarutkan dalam pelarut yang tidak mengandung unsur yang akan dianalisis. Pelarutan ini diperlukan agar mempermudah perlakuan lebih lanjut sebagai bagian dari persiapan iradiasi. Penyiapan cuplikan analit tidak dalam bentuk larutan tetap dimungkinkan (misalnya serbuk, *pellet* dan sebagainya) tetapi hal ini menimbulkan masalah baru dalam kesamaan geometri analit dan standar selama iradiasi dan pengukuran.

Sementara itu cuplikan standar dilarutkan dalam pelarut yang sesuai, dapat menggunakan pelarut yang sama dengan pelarut analit tetapi dapat juga berbeda. Larutan standar dapat disiapkan untuk tiap-tiap unsur tetapi juga dapat dalam bentuk satu macam larutan yang mengandung berbagai unsur. Yang penting adalah bahwa tiap-tiap unsur standar harus diketahui secara tepat jumlahnya.

Dari larutan standar dan analit diambil sejumlah volume tertentu (semakin tinggi konsentrasi larutan semakin kecil volume pencuplikan yang diperlukan). Pengambilan cuplikan biasanya berkisar antara 5 – 200 μL , menggunakan pipet jenis Eppendorf, kemudian diserapkan pada kertas saring (diameter sekitar 3,5 cm) yang terpisah untuk standar dan analit. Setelah kertas saring dikeringkan kemudian dimasukkan ke dalam kantong plastik yang khusus disiapkan untuk tujuan APN. Kantong plastik yang berisi masing-masing kertas saring standar dan kertas saring analit kemudian ditutup (misalnya dengan cara elektrik) dan dimasukkan ke dalam tabung iradiasi yang terbuat dari bahan aluminium atau polietilen (Gambar 3) dan siap dikirim ke fasilitas iradiasi reaktor, biasanya dengan teknik pneumatik (sistem udara bertekanan tinggi).



Gambar 3. Skema tahapan persiapan iradiasi untuk melakukan APN.

Proses iradiasi dan perlakuan pasca iradiasi

Proses iradiasi dilakukan di dalam fasilitas iradiasi reaktor, dipilih fasilitas iradiasi yang menghasilkan fluks neutron termal yang mencukupi dan memungkinkan pengambilan kembali target iradiasi (berarti penghentian proses iradiasi) pada saat yang diperlukan tanpa mengikuti periode siklus operasi reaktor. Di dalam fasilitas reaktor G.A. Siwabessy, Serpong, terdapat beberapa fasilitas iradiasi [7] namun hanya 2 macam fasilitas iradiasi yang sesuai untuk pelaksanaan APN seperti ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Fasilitas iradiasi pada reaktor G.A. Siwabessy, Serpong [7].

FASILITAS IRADIASI	FLUKS NETRON ($n \cdot cm^{-2} \cdot det^{-1}$)			PENGGUNAAN UTAMA
	MINIMUM	MAKSIMUM	RERATA	
Hydraulic Rabbit System	0.3578×10^{14}	0.4080×10^{14}	0.40×10^{14}	Produksi radioisotop dan APN
Pneumatic Rabbit System	---	---	0.4054×10^{14}	Produksi radioisotop dan APN
Iodine Loop Facility	---	---	1.0×10^{13}	Produksi radioisotop
CIP (Central Irradiation Position)	1.2539×10^{14}	1.2621×10^{14}	1.26×10^{14}	Produksi radioisotop
CIF (Core Irradiation Facility)	1.0388×10^{14}	1.0898×10^{14}	1.0625×10^{14}	Produksi radioisotop
RIF (Reflector Irradiation Facility)	---	---	1.1×10^{14}	Produksi radioisotop
PRTF (Power Ramp Testing Facility)	---	---	0.6089×10^{14}	Uji kinerja dinamis bahan bakar reaktor

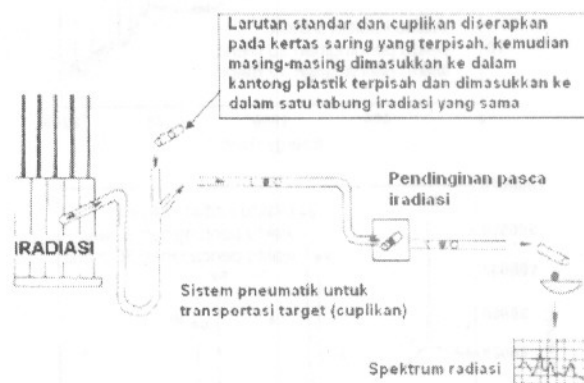
Waktu iradiasi disesuaikan dengan kebutuhan, yaitu dengan memperhatikan waktu paruh radionuklida produk yang diinginkan. Apabila unsur-unsur yang diinginkan ternyata menghasilkan radionuklida dengan perbedaan waktu paruh yang sangat besar, maka iradiasi perlu dilakukan lebih dari satu kali, yaitu iradiasi singkat untuk kelompok radionuklida waktu paruh pendek dan iradiasi lama untuk kelompok radioisotop waktu paruh panjang. Faktor lain yang perlu diperhatikan dalam merencanakan waktu iradiasi untuk tujuan APN adalah harga penampang lintang neutron termal dari nuklida sasaran. Penampang lintang ini merupakan besaran yang menunjukkan tingkat kebolehjadian reaksi nuklir dengan neutron termal untuk menghasilkan nuklida radioaktif. Dengan demikian, semakin rendah harga penampang lintang akan diperlukan waktu iradiasi yang lebih panjang. Bahkan apabila

penampang lintang neutron termal terlalu rendah dan waktu paruh radionuklida produk sangat panjang, maka sebaiknya tidak digunakan teknik analisis dengan APN.

Di dalam beberapa kasus analisis, perlu dilakukan proses pendinginan pasca iradiasi (*post-irradiation cooling*) yaitu pendiaman cuplikan pasca iradiasi sebelum dilakukan pemeriksaan dan pencacahan secara spektrometri γ . Tujuan utama dari proses pendinginan ini adalah untuk menghilangkan radionuklida produk waktu paruh pendek yang tidak merupakan bagian dari kepentingan analisis. Hal ini akan mengurangi kekomplekan (kerumitan) spektrum γ sehingga analisis dapat lebih mudah dilakukan. Tetapi pada analisis radionuklida waktu paruh pendek, proses pendinginan pasca iradiasi tidak diperlukan karena justru dapat menghilangkan keradioaktifan sebagai akibat peluruhan yang berlangsung cepat.

Untuk selanjutnya cuplikan dikeluarkan dari tabung iradiasi dan tanpa dikeluarkan dari kantung plastiknya masing-masing kertas saring dicacah dan dibuat spektrum radasinya. Pencacahan untuk cuplikan analit maupun standar harus dilakukan pada posisi rak pengukuran dan lama waktu pencacahan yang sama. Apabila diperlukan, misalnya bila selang waktu pengukuran tidak dapat diabaikan terhadap waktu paruh, data cacahan harus dikoreksi menggunakan persamaan (2)

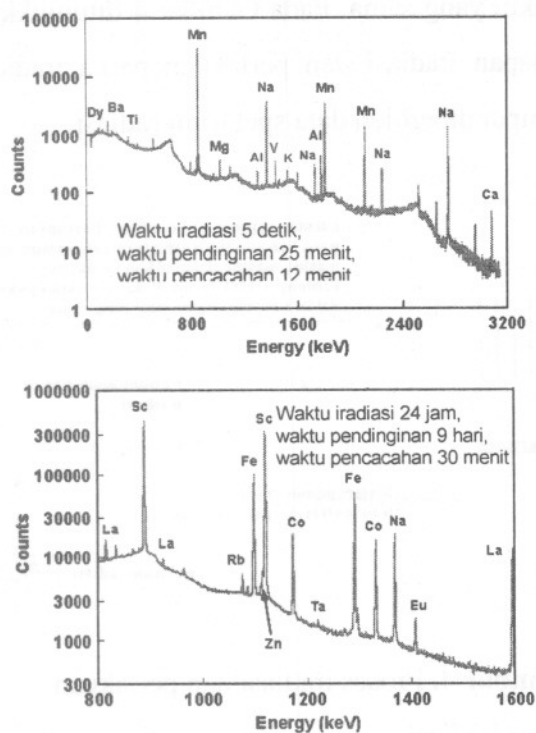
untuk mengembalikan harga cacahan pada waktu yang sama. Pada Gambar 4 ditunjukkan tahapan iradiasi dan perlakuan pasca iradiasi sampai diperoleh data spektrum radiasi.



Gambar 4. Proses iradiasi dan perlakuan pasca iradiasi.

ANALISIS DATA DAN CARA PERHITUNGAN

Analisis kualitatif didasarkan pada tampilan spektrum radiasi γ yang dihasilkan. Gambar spektrum radiasi γ menampilkan jumlah angka cacahan (sebanding dengan keradioaktifan) radionuklida produk pada sumbu tegak dan nomor saluran atau harga energi radiasi pada sumbu horisontalnya. Gambar 5 menampilkan contoh spektrum radiasi γ dari cuplikan bahan tembikar yang diiradiasi dan didinginkan pada selang waktu yang berbeda [3,4].



Gambar 5. Contoh gambar spektrum radiasi γ (cuplikan adalah contoh bahan tembikar yang sama, dengan waktu iradiasi dan waktu pendinginan yang berbeda) [3,4].

Energi radiasi γ merupakan salah satu karakteristik suatu radionuklida pemancar γ . Dengan mengetahui harga energi pada puncak-puncak cacahan, jenis radionuklidanya dapat diperkirakan. Apabila dari harga energi radiasi masih ada keraguan, maka dapat dilakukan pencacahan berulang pada nomor saluran yang sesuai dengan energi tersebut untuk menentukan waktu paruh radionuklida yang bersangkutan dengan menggunakan persamaan (2). Dengan memperoleh 2 besaran karakteristik radionuklida, yaitu harga energi

radiasi dan waktu paruh, maka jenis radionuklida dapat ditentukan tanpa keraguan lagi dan dapat diperkuat dengan membandingkannya terhadap spektrum standar. Karena reaksi nuklir (n,γ) menghasilkan radionuklida yang merupakan isotop dari nuklida target, maka jenis unsur yang ada dalam cuplikan dapat diketahui.

Kemampuan pemisahan atau resolusi puncak-puncak spektrum radiasi sangat dipengaruhi oleh jenis detektor yang ada pada perangkat spektrometer γ . Ada 3 jenis detektor radiasi γ yang banyak digunakan pada perangkat spektrometer γ , yaitu detektor NaI(Tl), detektor Ge-Li dan detektor HP-Ge. Detektor NaI-Tl merupakan detektor sintilasi (berpendar ketika radiasi berinteraksi dengan atom/kristal), sensitif terhadap perubahan suhu, efisiensi tinggi tetapi resolusi kurang baik hingga jarang digunakan untuk analisis spektrum yang kompleks, masih banyak digunakan pada perangkat analisator saluran tunggal (SCA). Detektor Ge-Li merupakan detektor semi konduktor (menghasilkan sinyal listrik sebagai akibat transisi elektron - hole ketika radiasi γ mengenai detektor), resolusi lebih baik dari detektor NaI-Tl, tapi selalu harus berada dalam lingkungan N_2 cair, sekalipun tidak sedang digunakan. Detektor HP-Ge (Ge kemurnian tinggi) juga merupakan detektor semi konduktor, harus berada dalam lingkungan N_2 cair hanya ketika dioperasikan,

resolusi lebih baik lagi dibandingkan dengan detektor Ge-Li.

Walaupun efisiensi pencacahan lebih rendah dari detektor NaI(Tl) tetapi karena resolusinya sangat baik, detektor HP-Ge dewasa ini merupakan detektor yang paling banyak digunakan pada perangkat spektrometri radiasi dengan analisator saluran ganda (MCA). Kelemahan dalam hal efisiensi dapat diatasi dengan melakukan pencacahan pada waktu yang lebih lama, menggunakan larutan cuplikan yang lebih pekat, atau dengan memperpanjang waktu iradiasi atau gabungan dari ketiga hal tersebut.

Untuk perhitungan kuantitatif, dapat dilakukan dengan 2 cara, yaitu cara mutlak dan cara relatif. Dengan cara mutlak, cuplikan yang telah diiradiasi diukur keradioaktivannya dengan alat ukur keradioaktifan. Harga hasil pengukuran (dalam Bq atau dps) dimasukkan ke dalam persamaan (3) sebagai A_{ip} untuk memperoleh harga W , yaitu jumlah gram unsur dalam cuplikan. Tetapi cara perhitungan seperti ini jarang digunakan karena besaran fluks neutron termal sulit dipertahankan tetap selama waktu iradiasi. Di samping itu beberapa unsur belum diketahui secara pasti harga penampang lintang neutron termalnya.

Perhitungan dengan cara relatif lebih sering menjadi pilihan, yaitu dengan menggunakan standar yang mengandung unsur yang ditentukan dalam jumlah yang telah

diketahui. Dengan kondisi iradiasi dan kondisi pengukuran yang sama, disertai dengan koreksi terhadap waktu peluruhan apabila diperlukan, maka berlaku hubungan berikut :

$$\{A_{(x)} / A_{(st)}\} = \{W_{(x)} / W_{(st)}\} \quad (5)$$

$A_{(x)}$: keradioaktifan radionuklida A dalam larutan cuplikan,

$A_{(st)}$: keradioaktifan radionuklida A dalam larutan standar

$W_{(x)}$: jumlah gram unsur A dalam larutan cuplikan

$W_{(st)}$: jumlah gram unsur A dalam larutan standar.

Pada umumnya harga $A_{(x)}$ dan $A_{(st)}$ ditentukan dari angka cacahan pada energi dengan intensitas radiasi tertinggi melalui penghitungan luas puncak pada energi tersebut. Karena keradioaktifan (A) sebanding dengan luas puncak (L), maka berlaku hubungan berikut :

$$\{L_{(x)} / L_{(st)}\} = \{A_{(x)} / A_{(st)}\} \quad (6)$$

Perhitungan luas puncak secara manual dapat dilakukan dengan beberapa cara, namun dewasa ini hampir semua instrumen spektrometer γ telah dilengkapi dengan perangkat analisator saluran ganda dengan program perangkat lunak maupun perangkat

keras komputer yang langsung merekam, menghitung dan mengolah data cacahan untuk menghasilkan luas puncak pada saluran atau energi yang diinginkan operator. Perangkat ini juga sekaligus melakukan koreksi terhadap cacah latar. Dengan demikian operator tidak hanya mendapatkan gambar spektrum energi radiasi saja tetapi juga dapat memperoleh hasil pengolahan data yang memberikan informasi jumlah kuantitatif unsur yang terdapat dalam cuplikan.

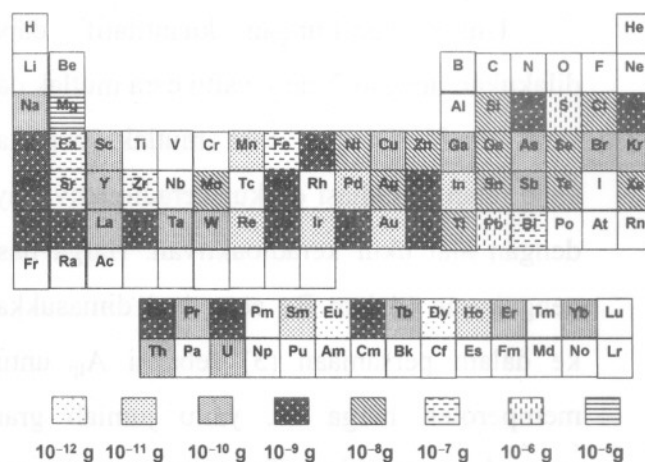
BEBERAPA ASPEK PENTING DALAM APN

Kapabilitas dan kepekaan analisis

Sebagai salah satu teknik analisis unsur, APN tidak saja mempunyai kepekaan yang tinggi, tetapi juga dapat diterapkan untuk analisis sekitar 70 % dari unsur-unsur yang telah dikenal selama ini [1]. Cuplikan analit dapat berasal dari berbagai macam bahan, seperti bahan makanan, bahan biologis, bahan lingkungan, bahan industri, bahan farmasi dan sebagainya. Pada Gambar 6 ditunjukkan unsur-unsur dalam peta berkala modern yang telah dilaporkan dapat ditentukan dengan teknik APN menggunakan fluks neutron termal sebesar 10^{12} n. cm⁻². det⁻¹.

Rentang kepekaan yang tinggi ditunjukkan dengan batas terendah kandungan unsur yang dapat ditentukan sebesar 10^{-5} sampai 10^{-12} gram. Kandungan unsur dalam

cuplikan dalam orde ppb (*part per billion*, perseribu juta) dapat ditentukan dengan teknik APN ini. Didukung dengan peningkatan sensitivitas instrumenasi nuklir, khususnya sistem spektrometri γ yang menjadi perangkat pengukuran utama dalam APN, maka batas terendah ini dapat lebih rendah lagi bila fluks neutron yang digunakan lebih tinggi dari 10^{12} n. cm⁻². det⁻¹. Secara umum batas kepekaan pengukuran memang merupakan salah satu kelebihan metode analisis dengan teknik nuklir dibandingkan dengan teknik analisis non nuklir.



Gambar 6. Kepekaan APN sebagai teknik analisis unsur. (Data dikompilasi dari berbagai sumber/acuan)

Kebutuhan akan teknik analisis yang sensitif ini semakin meningkat dengan semakin beranekanya unsur toksik yang mengontaminasi lingkungan ataupun juga dengan semakin berkembangnya teknologi industri semi konduktor yang memerlukan

bahan dengan tingkat kemurnian yang sangat tinggi[6]. Karena prinsip analisis adalah reaksi nuklir maka teknik APN tidak bergantung pada bentuk kimia maupun fisika dari cuplikan analit. Namun penanganan akan jauh lebih sederhana bila cuplikan dapat dilarutkan. Dengan menyerapkan larutan cuplikan (analit maupun standar) pada kertas saring maka gangguan geometris dapat diminimalkan.

Keunggulan dan keterbatasan APN sebagai suatu teknik analisis

Beberapa hal berikut ini merupakan aspek keunggulan dari teknik APN dibandingkan dengan teknik analisis unsur lainnya :

- a). Merupakan teknik analisis multi unsur secara serentak untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif, dan tidak tergantung pada tingkat oksidasi ataupun bentuk kimia dan fisika dari unsur yang dianalisis.
- b). Sensitivitas deteksi sangat tinggi sehingga hanya diperlukan jumlah cuplikan (bobot massa atau volume) yang kecil.
- c). Di dalam banyak hal merupakan teknik analisis tak merusak, tidak diperlukan proses pemisahan selama analisis.
- d). Apabila sarana iradiasi dan instrumen pengukuran telah tersedia, analisis dapat dilakukan dengan prosedur yang mudah, cepat dan sederhana.

- e). Analisis tidak berpotensi terganggu oleh kontaminasi kimia dalam lingkungan .
- f). Dapat diaplikasikan untuk sekitar 70 % dari jenis unsur pada Peta Berkala dalam berbagai macam bahan cuplikan.
- g). Dari satu kali proses iradiasi dapat dilakukan pengulangan pengukuran disesuaikan dengan rentang waktu paruh unsur yang dianalisis.

Seperti halnya teknik analisis pada umumnya, di samping beberapa keunggulan yang disebutkan di atas, APN juga mempunyai beberapa keterbatasan, misalnya :

- a). Memerlukan fasilitas sumber neutron (reaktor nuklir atau generator neutron) yang tidak selalu dapat dimiliki oleh semua laboratorium analisis kimia.
- b). Memerlukan legalitas dan perijinan khusus sehubungan dengan aspek keselamatan dan/atau proteksi radiasi.
- c). Tidak memberikan informasi mengenai bentuk kimiawi atau tingkat oksidasi unsur analit.
- d). Tidak dapat dilakukan untuk analisis unsur yang tertentu, misalnya unsur yang penampang lintang reaksi neutronnya sangat rendah (untuk hal ini jenis analisis pengaktifan lainnya seperti analisis pengaktifan proton menggunakan sistem siklotron dapat merupakan komplemen bagi APN).

Beberapa jenis gangguan dalam APN

Beberapa macam gangguan dalam implementasi APN dapat mengurangi ketepatan dan efektivitas analisis, antara lain [8]:

a). Gangguan spektral.

Gangguan spektral terjadi bila 2 macam radionuklida hasil aktivasi menghasilkan energi γ yang berdekatan. Hal ini menyebabkan *overlap* cacahan yang dapat menghasilkan kesalahan informasi yang diperoleh. Apabila keadaan ini tidak dapat diatasi dengan penggunaan detektor resolusi tinggi, maka diperlukan pengukuran ulang setelah selang waktu tertentu sesudah radionuklida yang waktu paruhnya pendek dapat dianggap meluruh habis. Hasil pencacahan yang tersisa berarti merupakan keradioaktifan dari radionuklida yang waktu paruhnya lebih panjang. Dengan perhitungan dan koreksi terhadap peluruhan yang terjadi maka keradioaktifan radionuklida yang waktu paruhnya panjang dapat ditentukan sehingga jumlah kuantitatifnya juga dapat ditentukan.

Apabila waktu paruh kedua radionuklida hampir sama atau sama-sama panjang dan energi utama kedua unsur analit tidak dapat dipisahkan, maka diperlukan pengukuran hasil iradiasi standar murni salah satu unsur (S1) pada puncak energi lainnya yang bersih dari gangguan radiasi γ lain. Puncak ini disebut *clean photopeak* (puncak foton bersih). Dari

spektrum radiasi γ standar murni S1 ini dengan demikian dihasilkan harga perbandingan luas puncak utama terhadap luas puncak foton bersih. Selanjutnya harga perbandingan ini dipergunakan untuk menghitung luas puncak utama dari unsur S1 tersebut pada spektrum cuplikan standar maupun cuplikan analit. Perbedaan luas puncak utama campuran matrik dengan luas puncak utama S1 merupakan hasil perhitungan luas puncak utama untuk unsur lainnya (S2). Tabel 2 berikut lebih menjelaskan teknik perhitungan apabila terjadi gangguan spektral.

Tabel 1. Teknik analisis dengan adanya gangguan spektral

CUPLIKAN YANG DIPERIKSA	LUAS CACAHAN PUNCAK		TAHAPAN PERHITUNGAN
	Puncak Utama	Puncak foton bersih	
Standar S1 murni	$L_{PU(S1)}$	$L_{CP(S1)}$	$\{ L_{PU(S1)} / L_{CP(S1)} \} = P$
Standar campuran	$L_{PU(ST1, ST2)}$	$L_{CP(ST1)}$	$P = \{ L_{PU(ST1)} / \{ L_{CP(ST1)} \} \}$ $\{ L_{PU(ST2)} \} = \{ L_{PU(ST1, ST2)} \} - \{ L_{PU(ST1)} \}$
Matrik analit	$L_{PU(M1, M2)}$	$L_{CP(M1)}$	$P = \{ L_{PU(M1)} / \{ L_{CP(M1)} \} \}$ $\{ L_{PU(M2)} \} = \{ L_{PU(M1, M2)} \} - \{ L_{PU(M1)} \}$ $\{ L_{PU(M1)} \} / \{ L_{PU(ST1)} \} = W_{M1} / W_{ST1}$ $\{ L_{PU(M2)} \} / \{ L_{PU(ST2)} \} = W_{M2} / W_{ST2}$

L = luas puncak cacahan, W = bobot unsur dalam cuplikan.

b). Gangguan aditif orde kedua.

Gangguan aditif orde kedua terjadi bila unsur di dalam matrik analit menghasilkan radionuklida yang meluruh menjadi isotop stabil yang sama dengan unsur yang dianalisis sehingga terjadi penambahan reaksi nuklir

menghasilkan radionuklida yang dianalisis. Misalnya di dalam analisis pospor melalui reaksi $^{31}\text{P} (n,\gamma) ^{32}\text{P}$, akan timbul gangguan dari adanya Si di dalam matrik, karena Si akan mengalami reaksi nuklir $^{30}\text{Si} (n,\gamma) ^{31}\text{Si} \rightarrow ^{31}\text{P} + \beta$ dan selanjutnya ^{31}P dari peluruhan ^{31}Si ini juga mengalami reaksi nuklir $^{31}\text{P} (n,\gamma) ^{32}\text{P}$. Kontribusi gangguan aditif orde kedua ini sangat kecil, karena nuklida stabil produk peluruhan radionuklida matrik juga sangat rendah jumlahnya.

Reaksi nuklir utama : $A (n,\gamma) A^*$

Reaksi nuklir pengganggu : $X (n,\gamma) X^* \rightarrow A (n,\gamma) A^*$

c). Gangguan sekunder.

Jenis gangguan ini disebabkan oleh pembentukan radionuklida yang dianalisis yang tidak berasal dari unsur analit yang dimaksudkan. Hal ini dapat terjadi bila berlangsung reaksi aktivasi selain (n,γ) , misalnya reaksi aktivasi (n,p) atau (n,α) yang diikuti dengan peluruhan menghasilkan radionuklida yang sama dengan hasil reaksi aktivasi (n,γ) .

Reaksi nuklir utama : $A (n,\gamma) A^*$

Reaksi nuklir pengganggu : $X (n,p) Y^* \rightarrow A^*$, $P (n,\alpha) Q^* \rightarrow A^*$,

d). Gangguan primer.

Gangguan primer merupakan gangguan dalam APN yang paling dominan. Tipe gangguan ini terjadi karena unsur di dalam

matrik analit mengalami reaksi nuklir selain (n,γ) dan langsung menghasilkan radionuklida yang sama dengan radionuklida hasil reaksi (n,γ) yang dikehendaki.

Reaksi nuklir utama : $A (n,\gamma) A^*$

Reaksi nuklir pengganggu : $R(n,p) A^*$,
 $S(n,\alpha) A^*$,

Metode Kayzero (k_0)

Metode Kayzero (metode k_0) merupakan pengembangan dari teknik APN dengan protokol analisis menggunakan hanya satu jenis standar. Metode ini didasarkan pada adanya korelasi antara laju aktivasi suatu unsur stabil dengan laju aktivasi unsur emas (Au) ketika keduanya diaktivasi dengan neutron termal. Korelasi ini dinyatakan dengan faktor pembanding yang disebut tetapan Kayzero (k_0) [9,10] :

$$k_0 = (M_{st} \cdot \sigma_a \cdot \theta_a \cdot \gamma_a) / (M_a \cdot \sigma_{st} \cdot \theta_{st} \cdot \gamma_{st}) \quad (7)$$

index a dan st masing-masing menunjukkan analit (unsur yang dianalisis) dan standar (unsur Au), M adalah massa atom relatif (g/mol), σ adalah penampang lintang neutron termal (m^2), θ adalah kelimpahan isotop (%) dan γ adalah kelimpahan absolut radiasi γ .

Ini merupakan teknik yang relatif baru dalam perkembangan APN sehingga harga tetapan k_0 untuk berbagai unsur banyak yang

belum diketahui atau mungkin belum disebarluaskan [9]. Dengan menggunakan metode k0 ini maka perhitungan dalam APN dapat dilakukan hanya dengan menyertakan standar Au dalam proses iradiasi dan pengukuran apabila harga tetapan k0 dari unsur yang dianalisis telah diketahui. Ini merupakan suatu langkah penyederhanaan dibandingkan dengan pemakaian berbagai jenis standar. Perhitungan harga k0 secara langsung dalam analisis dengan persamaan (7) memberikan kontribusi kesalahan pengukuran kurang dari 3,5 % [9].

KESIMPULAN

Teknik APN merupakan salah satu pemanfaatan ilmu pengetahuan dan teknologi nuklir dalam bidang kimia analisis, khususnya untuk analisis unsur. Dibandingkan dengan metode analisis kimia unsur lainnya yang berbasis teknologi non nuklir, APN mempunyai banyak keunggulan, walaupun untuk melaksanakan teknik ini diperlukan sarana dan persyaratan khusus yang berkaitan dengan aspek radiasi nuklir.

Seperti halnya teknik analisis kimia pada umumnya, teknik APN juga memerlukan adanya larutan senyawa standar sebagai pembanding bagi unsur-unsur di dalam matrik yang akan dianalisis. Metode Kayzero merupakan suatu perkembangan teknik APN yang memungkinkan penggunaan hanya satu

macam senyawa standar untuk berbagai macam unsur yang dianalisis. Namun metode ini belum dikenal secara luas.

DAFTAR PUSTAKA

1. ANONYMOUS, "Neutron Activation Analysis (NAA)", [http : // www. elementalanalysis. com/services_naa.asp](http://www.elementalanalysis.com/services_naa.asp) (8 Jan 2008).
2. M. BLAAUW, "INAA", in : http://www.k0naa.org/NAA_fr.htm (6 Januari 2008).
3. M.D. Glascock, " Overview of Neutron Activation Analysis" in : [http:// archaeometry.missouri.edu/naa_overview. html](http://archaeometry.missouri.edu/naa_overview.html) (8 Januari 2008).
4. M.D. Glascock, " Overview of Neutron Activation Analysis" in : [http://ecow.engr.wisc. edu/cgi-bin/get/ne/ 427/edwards/ naaoverview.pdf](http://ecow.engr.wisc.edu/cgi-bin/get/ne/427/edwards/naaoverview.pdf). (12 Januari 2008).
5. Zs. MOLNÁR, "Neutron Activation Analysis", [http://www.reak.bme.hu/nti/Education/ Wigner_Course/WignerManuals/Budapest/ NEUTRON_ACTIVATION_ANALYSIS. htm](http://www.reak.bme.hu/nti/Education/Wigner_Course/WignerManuals/Budapest/NEUTRON_ACTIVATION_ANALYSIS.htm). (14 Januari 2008).
6. S. SOENARJO, Evolusi Prosedur Radiokimia dan Aplikasinya dalam Teknologi Proses Radioisotop, Pidato Pengukuhan Ahli Peneliti Utama bidang Kimia, PPR, BATAN, Serpong (2002).

-
7. S. SOENARJO, S.R. TAMAT, B. PURWADI, et al, RSG-GAS based Radioisotopes and Sharing Program for Regional Backup Supply, Regional Workshop in Production and Supply of Radioisotopes, IAEA-BATAN, Serpong, October (2003).
8. RUKIHATI, Analisis Aktivasi Nuklir untuk Studi Pencemaran Lingkungan Hidup, Orasi Pengukuhan Profesor Riset bidang Kimia, BATAN, Serpong, 5 Nopember (2007).
9. M. BLAAUW, "k0-INAA", in: http://www.k0naa.org/NAA_fr.htm (6 Januari 2008).
10. A.TRKOV, "Validation of Thermal Cross Sections and Resonance Integrals of the WPEC_SG-23 Library", CSEWG Meeting, 8-10 Nov. 2005, in : http://www.nndc.bnl.gov/meetings/csewgu_sndp2005/Wednesday/ENDFB-VII/12_Trkov.pdf (22 Januari 2008).

