

ANALISIS UNSUR DENGAN METODE PENCACAHAN SPEKTROMETRI GAMMA LAJU CACAH TINGGI

Th. Rina M, Sri Wardani, Sunarko

ABSTRAK

ANALISIS UNSUR DENGAN METODE PENCACAHAN SPEKTROMETRI GAMMA LAJU CACAH TINGGI. Pada penentuan unsur, terutama yang memiliki waktu paruh pendek dengan metode Analisis Aktivasi Neutron, kehilangan pencacahan sering terjadi yang disebabkan oleh kecepatan pencacahan yang tinggi. Suatu sirkuit elektrik Pile-Up Rejector diinstalasikan ke alat pencacah spektrometer sinar- γ , sebagai koreksi terhadap kehilangan cacah. Cuplikan SRM 1648 *Urban Particulate* bersama unsur standar diiradiasi di sistem rabbit RSG-GAS selama 50 detik dan 2 jam dengan neutron thermal. Kemudian didinginkan selama 5 menit dan 7 hari. Pencacahan dilakukan dengan spektrometer sinar- γ konvensional dan , spektrometer sinar- γ yang dilengkapi PUR. Konsentrasi unsur-unsur yang dicacah dengan spektrometer sinar- γ yang dilengkapi PUR ternyata lebih tinggi dibandingkan dengan konvensional, dengan relatif standar deviasi 3 - 41 %.

ABSTRACT

THE ELEMENT ANALYSIS USING GAMMA SPECTROMETRI BY HIGH COUNT RATE METHOD. Using Neutron activation analysis, accounting loss due to the high-count rate often occurred in the element determination, especially, wich have short half life. In order to correct that problem, the ' Pile-up Rejector (PUR) electric circuit was installed by the γ -ray spectrometer. Doing the SRM 1648 Urban Particulate irradiation together with standard element did sample preparation. The irradiation time at the RSG-GAS Rabbit system using thermal neutron are needed 50 seconds and 2 hours, respectively. Counting was done after cooled the samples during 5 minutes and 7 days, respectively. The conventional γ -ray spectrometer and the γ -ray spectrometer with PUR are using to count the samples. The results show that the element concentration counted by γ -ray spectrometer with PUR higher than conventional method. The relative standard deviations are between 3-41 %.

PENDAHULUAN

Analisis Aktivasi Neutron (AAN) adalah suatu metode analisis yang mampu untuk menentukan unsur dalam jumlah kecil (*trace element*). Metode AAN memiliki tingkat akurasi dan presisi yang tinggi. Untuk memperoleh sensitivitas yang baik, maka akurasi pada saat pengukuran dengan spektrometer- γ sangat dituntut.

Pada pencacahan radionuklida dengan aktivitas tinggi, sering timbul kesalahan karena terlalu sibuknya rangkaian elektronik spektrometer- γ dalam mengolah signal yang masuk, akibat gejala tumpang tindih pulsa (*pile-up losses*), waktu mati, efek penjumlahan dan sebagainya.^[1,2,3]

Untuk menanggulangi kehilangan nilai cacah pada saat pencacahan radionuklida dengan aktivitas tinggi, terutama pada pencacahan radionuklida dengan waktu paruh pendek, maka

pada sistem spektrometer- γ yang akan digunakan dilengkapi dengan suatu sirkuit elektrik *Pile-Up Rejector* (PUR).^[1,2] Pada penelitian ini telah dicoba analisis sumber standar acuan SRM 1648 *Urban particulate*, dengan metode AAN. Pencacahan terhadap cuplikan pasca iradiasi dilakukan dengan peralatan spektrometer- γ yang telah dilengkapi dengan sirkuit elektrik PUR dan tanpa PUR.

Gejala Tumpang Tindih (*pile-up*) dan Penjumlahan Pulsa

Gejala tumpang tindih (*pile-up*) terjadi apabila dua foton secara bersamaan mengenai detektor dalam selang waktu yang lebih kecil dari harga *shaping time* penguat. Akibatnya salah satu atau kedua foton tersebut kemungkinan tidak tercatat pada salur dimana seharusnya pulsa-pulsa tersebut dicatat. Koinsidensi waktu (*time coincidence*) bisa terjadi karena tumpang tindih

pulsa secara kebetulan yang berasal dari peluruhan dua inti berbeda, atau bisa juga terjadi karena deteksi radiasi bertingkat hampir serentak dari peluruhan satu inti.

Gejala tumpang tindih secara kebetulan dapat menimbulkan kehilangan cacah yang sebanding dengan aktivitas cuplikan. Makin besar laju cacah makin banyak pula cacah yang hilang akibat gejala *pile-up* ini. Besarnya kehilangan cacah dapat direduksi dengan menggunakan pembangkit pulsa yang dioperasikan bersama perangkat pencacahan. Dapat juga dengan menambahkan rangkaian PUR pada perangkat spektrometer- γ dan pencacahan dilakukan dengan mode *live time*. Kompensasi dengan mode *live-time* pada penganalisa salur ganda hanya memadai untuk laju cacah yang rendah.

Gejala koinsidensi yang lain disebabkan karena transisi bertingkat dari satu inti yang sama. Gejala ini tidak sebanding dengan laju pencacahan tetapi bergantung dengan efisiensi detektor untuk foton-foton gamma yang bersangkutan. Akibat yang ditimbulkan bisa menyebabkan puncak yang ingin ditentukan mengalami penambahan atau pengurangan cacah, bergantung pada skema peluruhan radionuklidanya. Efek penjumlahan ini biasanya pengaruhnya cukup kecil terhadap hasil pengukuran.

METODOLOGI

Persiapan Cuplikan dan Standar

Cuplikan yang dianalisis diperoleh dari NIST (*National Institute of Standards and Technology*) yang merupakan bahan referensi yang ditetapkan dengan nomor kode SRM (*Standard Reference Material*) 1648 *Urban Particulate*. Berat cuplikan 100 - 150 mg. Cuplikan dibungkus dengan kantong polietilen, kemudian diiradiasi dengan fluks neutron thermal.

Untuk analisis kuantitatif dilakukan dengan metode komparatif menggunakan unsur standar sesuai dengan unsur yang terkandung dalam cuplikan yang dianalisis. Unsur standar sebanyak 10 - 20 μ l dipipet dan dimasukkan ke dalam kantong polietilen rangkap yang diberi kertas saring, kedua sisinya ditutup dan kemudian diiradiasi bersama dengan cuplikan pada kondisi iradiasi yang sama.

Iradiasi dan Pencacahan

Cuplikan dan unsur standar dimasukkan ke dalam kapsul polietilen dan di iradiasi selama 50 detik dalam posisi hidraulik sistem rabbit RSG-GAS. Sampel pascairadiasi didinginkan selama 7 menit (perjalanan dari tempat iradiasi sampai tempat pencacahan). Analisis unsur dengan umur paruh pendek dilakukan dengan pencacahan menggunakan spektrometer sinar- γ selama 3 - 5 menit. Sedangkan untuk analisis unsur dengan waktu paruh panjang, iradiasi cuplikan dilakukan selama 2 jam pada posisi sistem rabbit dan cuplikan dimasukkan ke dalam kapsul aluminium. Sampel pascairadiasi didinginkan selama 7 hari dan dilakukan pencacahan selama 1 - 2 jam dengan spektrometer- γ konvensional dan spektrometer- γ yang dilengkapi PUR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis kuantitatif dengan metode AAN ditunjukkan pada Tabel 1. Pencacahan dilakukan dengan spektrometer sinar- γ konvensional dan spektrometer sinar- γ yang dilengkapi dengan PUR. Hasil analisis ternyata menunjukkan bahwa konsentrasi

Tabel 1. Hasil Analisis Kuantitatif Cuplikan Bahan Standar Acuan SRM 1648.

Nama Unsur	Satuan	Konsentrasi ^(a)	Konsentrasi ^(b)	b/a (%)
Vanadium (V)	ppm	101,005	151,50	33,33
Chlor (Cl)	% berat	0,45	0,475	5,16
Sodium (Na)	%berat	0,453	0,467	3,02
Manggan (Mn)	ppm	548,34	936,54	41,45
Besi (Fe)	% berat	2,66	4,21	36,84
Seng (Zn)	% berat	0,455	0,566	19,67

Keterangan :

(a) Pencacahan dengan spektrometer sinar - γ konvensional

(b) Pencacahan dengan spektrometer sinar - γ yang dilengkapi sirkuit PUR

unsur-unsur di dalam cuplikan yang diukur dengan spektrometer sinar- γ yang dilengkapi dengan PUR jauh lebih tinggi bila dibandingkan dengan unsur yang dicacah dengan alat pencacah yang tidak dilengkapi PUR. Konsentrasi Vanadium dalam cuplikan yang dicacah dengan spektrometer sinar- γ konvensional adalah 101,01 ppm. Standar deviasi relatif 33,33%, dalam hal ini dikarenakan kehilangan nilai pencacahan yang disebabkan oleh laju cacah tinggi. Sedangkan konsentrasi V yang terhitung dari pengukuran dengan spektrometer sinar- γ yang dilengkapi PUR adalah 151,50 ppm. Demikian juga pada penentuan konsentrasi Cl dalam cuplikan, diperoleh standar deviasi relatif 5,16 %. Kedua unsur tersebut memiliki bentuk radionuklida dengan waktu paruh pendek, yaitu ^{52}V selama 3,75 menit dan ^{38}Cl selama 37,24 menit.

Konsentrasi Fe yang diukur dengan spektrometer sinar- γ konvensional 2,66 % berat, sedangkan yang diukur dengan spektrometer

sinar- γ yang dilengkapi PUR lebih tinggi yaitu 4,21 % berat. Hasil pengukuran dengan cara yang sama terhadap konsentrasi unsur-unsur yang lain seperti Na, Mn, dan Zn yang terkandung dalam cuplikan, memberikan hasil pengukuran konsentrasi yang lebih tinggi. Unsur-unsur Fe, Na, Mn, dan Zn memiliki bentuk radionuklida dengan umur paruh panjang, hal ini menunjukkan bahwa pengukuran radionuklida yang memiliki waktu paruh panjang dengan spektrometer sinar- γ yang dilengkapi dengan PUR, memberikan hasil yang jauh lebih tinggi dibandingkan dengan hasil pengukuran yang tidak dilengkapi dengan PUR.

Standar deviasi relatif pada pengukuran dengan spektrometer sinar- γ yang dilengkapi dengan PUR dan tanpa PUR berkisar 3 – 41 %, bergantung pada unsur yang dianalisis. Hasil analisis menunjukkan bahwa pengukuran dengan menggunakan spektrometer sinar- γ yang dilengkapi dengan PUR memberikan hasil akurasi dan presisi yang lebih baik.

Tabel 2. Hasil Analisis Kuantitatif Cuplikan Bahan Standar Acuan SRM 1648 dibandingkan dengan harga pada Sertifikat

Nama Unsur	NIST ⁽⁴⁾	Konsentrasi ^(a) (% deviasi)	Konsentrasi ^(b) (% deviasi)
V (ppm)	140 63	101,005 (27,85)	151,50 (8,20)
Cl (% berat)	0,45	0,45 (0)	0,475 (5,55)
Na (% berat)	0,425 60,002	0,453 (2,8)	0,467 (9,88)
Mn (ppm)	860	548,34 (36,23)	936,54 (8,90)
Fe (% berat)	3,91 60,10	2,66 (31,90)	4,21 (7,80)
Zn (% berat)	0,476 60,014	0,455 (4,40)	0,566 (18,90)

Keterangan :

(c) Pencacahan dengan spektrometer sinar - γ konvensional

(d) Pencacahan dengan spektrometer sinar - γ yang dilengkapi sirkuit PUR

Pada Tabel 2. ditunjukkan hasil pengukuran unsur-unsur yang dilakukan dengan spektrometer sinar- γ konvensional dan yang dilengkapi dengan PUR dibandingkan dengan harga konsentrasi unsur-unsur yang tertera dalam sertifikat (NIST). Hasil pengukuran menunjukkan bahwa pengukuran dengan spektrometer sinar- γ yang dilengkapi dengan PUR memberikan % deviasi yang lebih kecil, yang berarti pengukuran lebih teliti, kecuali pada Cl dan Na.

KESIMPULAN

1. Pada pengukuran unsur-unsur dalam cuplikan SRM 1648 Urban Particulate dengan spektrometer sinar- γ laju cacah tinggi dengan menggunakan PUR, memberikan hasil kuantitatif yang lebih besar dari pada hasil pengukuran dengan spektrometer sinar- γ konvensional.

2. Hasil analisis dengan spektrometer sinar- γ yang dilengkapi dengan PUR memberikan hasil akurasi dan presisi yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

1. SRI WARDANI, Penentuan Unsur Vanadium dalam Cuplikan Bahan Lingkungan Dengan Metoda Analisis Pengaktifan Neutron, Prosiding Temu Ilmiah Jaringan Kimia Analitik Indonesia, Seminar Nasional IV Kimia Dalam Industri dan Lingkungan, ISSN : 0854-4778.
2. SHOHO SUZUKI & SHOJI HIRAI, Determination of Vanadium in Environmental Reference Material by Neutron Activation Analysis, Bulletin of Atomic Energy Research Laboratory Musashi Institute of Technology, MITR-941 June 1994, ISSN 0285-0354.
3. WISNU SUSETYO, Spektrometri Gamma dan Penerapannya dalam Analisis Pengaktifan Neutron, Gadjah Mada University Press, 1988.
4. NIST, Certificate of Analysis Standard Reference Material 1648 Urban Particulate.

DISKUSI

Pertanyaan : (Suroso)

Studi komparatif menunjukkan bahwa metoda yang ibu lakukan apakah terbaik ?, bagaimana dengan metoda pengukurannya apakah alat-alat ukurnya telah terkalibrasi dengan benar (sesuai dengan standar legal).

Jawaban : (Th. Rina)

Spektrometer sinar Gamma dengan detektor Hp-Ge yang digunakan untuk mencacah cuplikan sudah dikalibrasi (kalibrasi energi dan kalibrasi detektor) dengan sumber standar legal.

