

## VALIDASI METODA PENENTUAN UNSUR RADIOAKTIF Pb-212, Cs-137, K-40 DENGAN SPEKTROMETER GAMMA

Noviarty  
Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir-BATAN

### ABSTRAK

VALIDASI METODA PENENTUAN UNSUR RADIOAKTIF Pb-212, Cs-137, K-40 DENGAN SPEKTROMETER GAMMA. Telah dilakukan validasi metoda pada alat Spektrometer Gamma dengan tujuan untuk memastikan bahwa metoda pengukuran yang digunakan memberikan hasil yang dipercaya. Validasi metoda dilakukan terhadap pengukuran unsur radioaktif Pb-212, Cs-137 dan K-40 yang terdapat didalam sampel *Ocean Sediment*. Dari hasil pengukuran kandungan unsur Pb-212 dalam 1 (satu gram sampel) sebesar  $7,015 \cdot 10^{-24}$  gr, kandungan unsur Cs-137 sebesar  $1.618 \cdot 10^{-19}$ gr dan kandungan unsur K-40 sebesar  $1.445 \cdot 10^{-12}$  gr. Dengan besar aktifitas  $3,1192 \cdot 10^{-5}$ Bq/g untuk unsur Pb-212,  $3,1164 \cdot 10^{-5}$ Bq/g untuk unsur K-40 sedangkan untuk unsur Cs-137 aktifitas sebesar  $4,440710^{-5}$ Bq/g dan pengukuran berada di atas batas limit deteksi dan limit kuantitasi, sehingga hasil pengukuran cukup baik dan dapat diterima. Demikian juga dengan presisi pengukuran yang diperoleh lebih kecil dari nilai Tabel Chi square (untuk 6 df = 1,64) yaitu 0,1069 untuk pengukuran unsur Pb-212, 0,0078 untuk unsur Cs-137 dan 0,01311 untuk pengukuran unsur K40.

Kata kunci: spektrometri gamma, unsur radioaktif validasi

### PENDAHULUAN

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir adalah salah satu pusat di lingkungan BATAN yang bertugas antara lain meneliti dan mengembangkan teknologi bahan bakar nuklir. Untuk menunjang kegiatan penelitian tersebut dibutuhkan suatu alat analisis yang telah mempunyai metoda tervalidasi. Validasi metoda adalah suatu proses konfirmasi melalui pengujian dan pengadaan bukti yang obyektif bahwa suatu metoda mempunyai unjuk kerja yang konsisten, sesuai dengan apa yang dikehendaki dalam penerapan metoda tersebut (ISO-17025-2005). Dalam proses validasi metoda, parameter-parameter unjuk kerja metoda ditentukan dengan menggunakan peralatan yang memenuhi spesifikasi, bekerja dengan baik dan terkalibrasi secara memadai. Secara umum, validasi metoda mencakup penentuan yang berkaitan dengan alat dan metoda <sup>[1]</sup>.

Validasi metoda pada alat Spektrometer Gamma dimaksudkan untuk memastikan bahwa metoda pengukuran yang digunakan memberikan hasil yang dipercaya. Validasi metoda dilakukan terhadap pengukuran unsur radioaktif Pb-212, Cs-137 dan K-40 yang terdapat didalam sampel *Ocean Sediment*. Sampel *Ocean sediment* adalah merupakan sampel lingkungan yang perlu diketahui pencemarannya melalui penentuan aktifitas logam berbahaya seperti Pb. <sup>[2]</sup>

Pada penelitian ini validasi metoda dibatasi pada penentuan yang berkaitan dengan alat, adapun parameter validasi yang dibahas adalah:

- Konfirmasi identitas
- Limit deteksi dan limit kuantitasi
- Presisi, yang dilakukan dengan uji ripitabilitas dari standar
- Akurasi, yang dihitung dengan cara membandingkan antara aktifitas yang diperoleh dari pengukuran dengan nilai aktifitas pada sertifikat.

Validasi metoda analisis untuk konfirmasi identitas unsur radioaktif dilakukan terhadap bahan standar *NIST* dengan mengacu pada Tabel energi isotop, dan konfirmasi identitas radioaktif dilakukan hanya pada cacahan terbesar dan berpengaruh terhadap radioaktifitas lingkungan yaitu terhadap unsur Pb-212, Cs-137 dan K-40. Ripitabilitas dari standar dilakukan dengan membandingkan nilai *chi square* yang diperoleh dengan nilai *chi square* Tabell pada tingkat kepercayaan yang disepakati<sup>[3]</sup>. Selain untuk mengetahui unjuk kerja peralatan, tujuan lainnya adalah untuk meningkatkan kualifikasi personil serta meningkatkan kepercayaan terhadap hasil pengukuran bagi laboratorium yang terakreditasi.<sup>[1]</sup>

## TATA KERJA

Bahan:

Sumber Standar Co-60 digunakan sebagai bahan untuk kalibrasi energi, Bahan Standar *Ocean Sediment* digunakan sebagai bahan acuan pengukuran unsur radioaktif.

Peralatan:

Spektrometer Gamma *EG&G ORTEC* digunakan sebagai alat ukur energi gamma.

Prosedur Percobaan

### 1. Penyiapan kondisi operasi

Sebelum melakukan pengoperasian peralatan dilakukan pengkondisian ruangan dan peralatan sebagai berikut<sup>[4]</sup>:

- a. Kondisi ruangan : Suhu 21 °C. Humiditas maksimum 63 %
- b. Dewar detektor telah terisi nitrogen cair paling lambat 7 jam sebelum operasi<sup>[4]</sup>

### 2. Pengoperasian

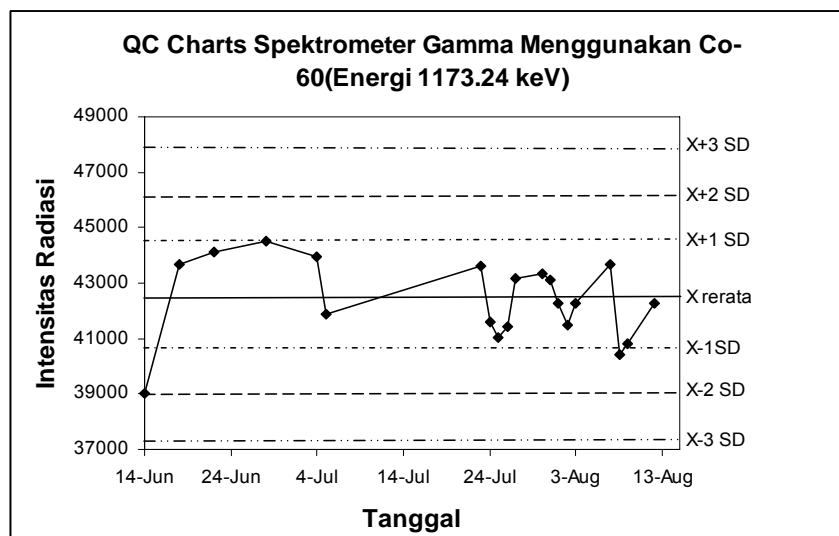
Pengoperasian alat Spektrometer Gamma dilakukan dengan tahapan kerja sebagai berikut<sup>[4]</sup>:

- a. Dinaikkan tegangan secara perlahan hingga mencapai 2,8 kV dengan cara memutar tombol *HV* yang terletak pada panel *MCA (Multi Chanel Analyser)* secara perlahan.
- b. Dilakukan kalibrasi peralatan menggunakan sumber standar Co-60, dengan lama pencacahan 1000 detik
- c. Dimasukkan nilai energi dari Co-60 yaitu energi 1173,24 keV dan energi 1332,50 keV.
- d. Diamati besarnya intensitas cacahan, *FWTM* dan *FWHM* yang dihasilkan pada *channel* energi 1173,24 keV dan *channel* energi 1332,50 keV.

- e. Dimasukkan besar intensitas cacahan yang diperoleh ke dalam Tabel *QC Chart* sesuai dengan energinya.
  - f. Dimasukkan juga besar nilai *FWTM* dan *FWHM* yang diperoleh ke dalam Tabel *Gaus Ratio* pengukuran Co-60
3. Pengukuran Blanko Sampel Ocean Sediment
- Pengukuran *blanko* sampel *Ocean Sediment* dilakukan dengan tahapan kerja sebagai berikut <sup>[4]</sup>
- a. Dilakukan pengukuran *blanko ocean sediment* (Wadah kosong) dengan waktu cacah 18000 detik setelah alat terkalibrasi.
  - b. Dilakukan analisis spektrum hasil pengukuran
  - c. Untuk pekerjaan yang sama diulangi sampai 7 kali pengulangan
4. Pengukuran Sampel Ocean Sediment
- Pengukuran Sampel *Ocean Sediment* dilakukan dengan tahapan kerja sebagai berikut <sup>[4]</sup>
- a. Dilakukan pengukuran *ocean sediment* dengan waktu cacah 18000 detik setelah alat terkalibrasi.
  - b. Dilakukan analisis spektrum hasil pengukuran
  - c. Untuk pekerjaan yang sama diulangi sampai 7 kali pengulangan

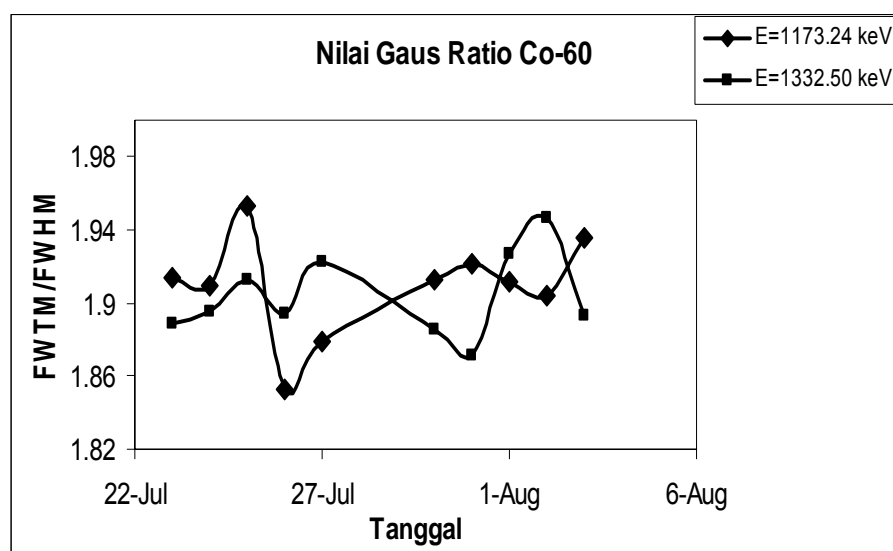
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari pengamatan kalibrasi energi gamma menggunakan sumber standar Co-60, yang dilakukan pada dua puncak energi yaitu pada energi 1173,24 keV dan 1332,50 keV. diperoleh besarnya intensitas cacahan energi pengukuran sebesar 47848.7 untuk energi 1173,24 keV dan 42335,2 untuk energi 1332,50 keV. Nilai cacahan yang diperoleh dimasukkan ke dalam nilai *QC charts* (Gambar-1) Spektrometer Gamma yang telah dibuat sebelumnya. Dari nilai cacahan tersebut terlihat bahwa Nilai cacahan intensitas energi Co-60 berada di daerah batas yang dibolehkan, hal ini menunjukkan bahwa detektor berfungsi baik sehingga pengukuran sampel dapat dilakukan.



Gambar-1. QC Charts Spektrometer Gamma Energi 1173,24 keV<sup>[5]</sup>

Selanjutnya dilakukan pengamatan resolusi dari alat spektrometer gamma, karena nilai resolusi akan berpengaruh kepada hasil pengukuran Resolusi ditentukan dari perbandingan antara *FWTM* (*Full Width at Tenth Maximum*) dan *FWHM* (*Full Width at Half Maximum*) yang biasa disebut dengan *Gauss ratio*. Nilai *Gauss ratio* yang baik adalah berkisar antara 1,83 sampai dengan 2,00<sup>[1,2]</sup> Pada pengamatan resolusi alat spektrometer gamma yang dinyatakan dalam *gauss ratio* diperoleh nilai *gauss ratio* sebesar 1.953. Nilai *gauss ratio* yang diberikan masih berada dalam batas yang dibolehkan yaitu pada nilai 1.83 sampai dengan 2.00, seperti ditunjukkan pada Gambar-2, sehingga pengukuran sampel *ocean sediment* dapat dilakukan.

Gambar-2. Nilai *Gauss Ratio* pada pengukuran Co-60<sup>[5]</sup>

Pada pengukuran sampel *ocean sediment* yang dilakukan dengan waktu cacah 18000 detik diperoleh konfirmasi identitas unsur radioaktif yang terkandung dalam sampel tersebut ditunjukkan pada Tabel-1.

Tabel-1 Data Hasil Pengukuran Unsur Pb-212, Cs-137 dan K-40

Unsur	Energi (KeV)	Cacah (dt)	Aktifitas (Bq/g)	Presisi	LoD	LoQ
Pb	580,15	0,003	$3,1192 \cdot 10^{-5}$	0,1069	0,00037	0,000396
Cs	661,66	0,002	$4,4407 \cdot 10^{-5}$	0,0078	0,00087	0,000984
K	1460,24	0,015	$3,1164 \cdot 10^{-5}$	0,0131	0,00388	0,003937

Pada Tabel-1 terlihat bahwa besar cacahan energi isotop adalah 580,15 keV. 661,66 keV dan 1460,24 keV. Berdasarkan Tabel energi isotop diperoleh konfirmasi

bahwa isotop yang tercacah adalah isotop Pb-212 , isotop Cs-137 dan isotop K-40<sup>[6]</sup>. Sedangkan besar aktifitas dari isotop tersebut adalah  $3,1192 \cdot 10^{-5}$ Bq/g untuk unsur Pb-212,  $4,440710^{-5}$ Bq/g untuk unsur Cs-137, dan  $3,1164 \cdot 10^{-5}$ Bq/g untuk unsur K-40.

elanjutnya dilakukan perhitungan limit deteksi dan limit kuantitas dari hasil pengukuran blanko sebanyak 7(tujuh kali pengulangan). Besar nilai limit deteksi dan limit kuantitasi dihitung dari nilai rerata dan nilai standar deviasinya menggunakan persamaan [1].

$$\text{LoD} = X_{rt} + (3 \times \text{SD}) \dots\dots\dots(1)$$

$$\text{LoQ} = X_{rt} + (10 \times \text{SD}) \dots\dots\dots(2)$$

Dengan :

LoD = Limit Deteksi

LoQ = Limit Kuantitasi

X<sub>rt</sub> = Cacah Rata-rata Blanko

SD = Standar deviasi

Dari hasil perhitungan menggunakan persamaan tersebut diperoleh limit deteksi untuk unsur Pb-212 sebesar 0,00037 cacah/dt dan limit kuantitasnya sebesar 0,000396 cacah/dt, dan untuk unsur Cs-37 limit deteksi sebesar 0,00087cacah/dt limit kuantitasi sebesar 0,000984cacah/dt sedangkan untuk unsur K40 limit deteksi sebesar 0,00388cacah/dt limit kuantitasi sebesar 0,003937cacah/dt, sedangkan pengukuran berada diatas batas limit deteksi dan limit kuantitasi, sehingga hasil pengukuran cukup baik dan dapat diterima.

Selanjutnya berat unsur dalam sampel dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut :

$$W = \frac{N}{6,02 \cdot 10^{23}} \cdot BA \dots\dots\dots(3)$$

$$A = \lambda N \text{ dan } \lambda = 0.693/T$$

$$N = AT/ 0.693 \dots\dots\dots(4)$$

Dengan :

W = berat unsur dalam sampel(gram) A = Aktifitas (dps)

N = cacah butir atom

T = waktu paro

BA = berat atom

$6,02 \times 10^{23}$  = Bilangan Avogadro

Dengan perhitungan menggunakan persamaan (3) diperoleh kandungan unsur Pb-212 dalam 1 (satu gram sampel )sebesar  $7,015 \cdot 10^{-24}$  gr , kandungan unsur Cs-137 sebesar  $1.618 \cdot 10^{-19}$ gr dan kandungan unsur K-40 sebesar  $1.445 \cdot 10^{-12}$  gr.

Selanjutnya dilakukan perhitungan presisi yang ditunjukkan melalui uji riptabilitas. Riptabilitas diperoleh dari pengukuran sampel dengan 7 kali pengulangan. Hasil pengukuran yang diperoleh dihitung nilai *chi square*nya ( $X^2$ ) dengan rumus jumlah perbedaan cacah kuadrat dibagi dengan cacah rata-ratanya. Selanjutnya dengan mengambil derajat kepercayaan sebesar 95 % maka pada Tabel *chi square* untuk harga

6 df diperoleh nilai sebesar 1,64 Sedangkan nilai  $X^2$  pengukuran lebih kecil dari nilai *chi square* Tabel yaitu 0,1069 untuk pengukuran unsur Pb-212, 0,0078 untuk unsur Cs-137 dan 0,01311 untuk pengukuran unsur K-40, sehingga hasil yang diperoleh dapat diterima.

Tabel-2 Data aktifitas isotop unsur Pb212 , Cs-137 dan K-40

Unsur	Aktifitas Sertifikat (Ao Maret 1994) Bq/gram	Waktu Paro (th)	Aktifitas Sertifikat (At Maret 2008) Bq/gram	Aktifitas Terukur Bq/gram	Persen Akurasi (%)
Pb-212	0.0140	$1,22 \cdot 10^{-3}$	0.0000	$3,1192 \cdot 10^{-5}$	0.000
Cs-137	0.0127	30.07	0.0092	$4,4407 \cdot 10^{-5}$	0.339
K-40	0.2250	$1,28 \cdot 10^9$	0.2249	$3,1164 \cdot 10^{-5}$	0.014

Selanjutnya di hitung nilai akurasi dengan cara membandingkan besarnya aktifitas masing-masing unsur radioaktif yang terukur dengan besarnya aktifitas unsur radioaktif pada sertifikat. Dari Tabel-2 terlihat bahwa persentase akurasi yang diperoleh dari masing-masing unsur radio aktif adalah 0.339 untuk isotop Cs-137 dan 0.014 untuk unsur K-40. Sedangkan persentase akurasi untuk isotop Pb-212 adalah nol (0), karena aktifitas unsur Pb-212 pada maret 2008 sudah tidak ada (nol) disebabkan waktu paro dari isotop Pb-212 tersebut cukup pendek yaitu  $1,2 \cdot 10^{-3}$  tahun

## KESIMPULAN

Telah dilakukan validasi metoda spektrometer gamma untuk pengukuran unsur radioaktif Pb-212, Cs-137, K-40 dengan menggunakan standar *NIST*. Hasil yang diperoleh telah memenuhi sistem mutu ISO-17025-2005. Dari hasil pengukuran diperoleh kandungan unsur Pb-212 dalam 1 (satu gram sampel) sebesar  $7,015 \cdot 10^{-24}$  gr, kandungan unsur Cs-137 sebesar  $1.618 \cdot 10^{-19}$ gr dan kandungan unsur K-40 sebesar  $1.445 \cdot 10^{-12}$  gr. Dengan aktifitas unsur Pb-212 sebesar  $3,1192 \cdot 10^{-5}$ Bq/g, aktifitas unsur K-40 sebesar  $3,1164 \cdot 10^{-5}$ Bq/g sedangkan aktifitas unsur Cs-137 sebesar  $4,4407 \cdot 10^{-5}$  Bq/g dan pengukuran berada di atas batas limit deteksi dan limit kuantitasi, Demikian juga dengan presisi pengukuran yang diperoleh lebih kecil dari nilai Tabel Chi square (untuk 6 df = 1,64) yaitu 0,1069 untuk pengukuran unsur Pb-212 , 0,0078 untuk unsur Cs-137 dan 0.01311 untuk pengukuran unsur K-40 sehingga hasil pengukuran cukup baik dan dapat diterima. dalam batas keberterimaan dengan tingkat kepercayaan 95% .

**PUSTAKA**

1. ARIF NUGROHO dkk., "Validasi Metoda Alat ICP-AES Plasma 40 untuk Pengukuran unsure Cr,P,Ti", *Urania Buletin Triwulan Daur Bahan Bakar Nuklir* ISSN 0852-4777 Vol.12 No.2 April 2006:64 hal 100.
2. BOYBUL dkk, "Analisis Unsur-Unsur Dalam Sedimen Laut Menggunakan Spektrometer Gamma EG&G ORTEC", *Urania Buletin Triwulan Daur Bahan Bakar Nuklir* ISSN 0852-4777 Vol.13 No.2 April 2007.
3. ANDERSON R.L., "*Pactical statistic for Anlitical Chemist* " Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1987.
4. EG & G ORTEC, "*Operator's Manual Spectrometer Gamma EG & G ORTEC* ", Tennessee, USA.
5. NOVIARTY dkk., "Kontrol Kinerja Spektrometer Gamma Menggunakan Metoda *Quality Control Chart*", Prosiding Seminar Fungsional Non Peneliti PTKMR Desember 2007.
6. YUKIO MURAKASHI, Prof.Dr. dkk., "Buku Data Radiasi", Chizing Pustaka Japan.