

PRAKTIKUM
KARAKTERISASI ZAT KIMIA BERBAHAYA:
ANALISIS AKTIVASI NEUTRON (AAN)



BADAN RISET DAN INOVASI NASIONAL

2025

DAFTAR ISI

BAB 1. PENDAHULUAN	3
BAB II. TEORI	4
2.1 Prinsip Analisis Aktivasi Neutron	4
2.2 Sumber Neutron	5
2.3 Perangkat Spektrometer Gamma	5
2.4 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif	7
2.5 Penanganan Sampel Pasca Iradiasi dan Pencacahan	7
BAB III. PERALATAN DAN BAHAN	9
3.1 Peralatan	9
3.2 Bahan	9
BAB IV. TATA KERJA	10
4.1 Kalibrasi Energi	10
4.2 Pencacahan Sampel/Standar	11
4.3 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif	12
TUGAS	13
DAFTAR PUSTAKA	14

BAB I

PENDAHULUAN

Tujuan Instruksional Umum:

Peserta mengenal prinsip Analisis Aktivasi Neutron serta dapat melakukan pengukuran dan analisis kualitatif serta kuantitatif unsur dengan metode Analisis Aktivasi Neutron secara komparatif.

Tujuan Instruksional Khusus:

Setelah melakukan praktikum ini, peserta mampu untuk:

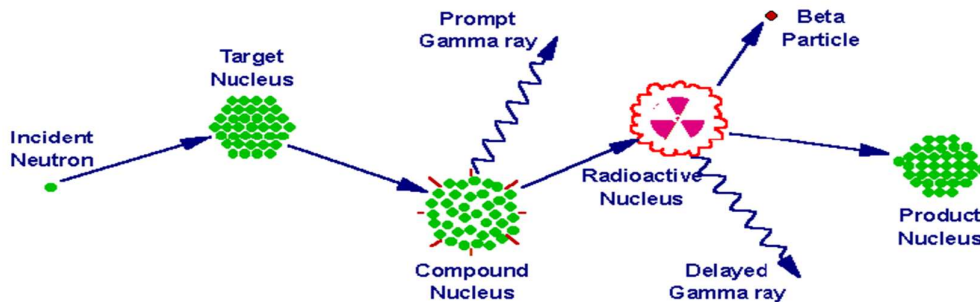
1. Melakukan penyiapan iradiasi
2. Mampu melakukan pengkondisian detektor untuk pengukuran dan melakukan pengukuran
3. Mampu mengidentifikasi jenis unsur dalam sampel
4. Mampu menghitung konsentrasi unsur dalam sampel secara kualitatif

BAB II

TEORI

2.1 Prinsip Analisis Aktivasi Neutron (AAN)

Analisis Aktivasi Neutron ditemukan pada tahun 1963 ketika Hevesy (Hungaria) dan Levi (Denmark) menemukan bahwa sampel yang mengandung unsur tanah jarang menjadi sangat radioaktif setelah terpapar oleh suatu sumber neutron. Dari observasi tersebut, mereka menyadari bahwa suatu reaksi inti yang dilakukan terhadap sampel dan diikuti dengan pengukuran radioaktivitas mempunyai potensi untuk digunakan dalam identifikasi kualitatif dan kuantitatif kandungan unsur yang terdapat di dalam sampel. Analisis Aktivasi Neutron merupakan teknik analisis yang didasarkan pada pengukuran sinar gamma karakteristik yang diemisikan oleh isotop-isotop dalam sampel melalui proses iradiasi dengan neutron.



Gambar 1. Prinsip Analisis Aktivasi Neutron

Neutron akan berinteraksi dengan inti atom target melalui tumbukan inelastik dan menyebabkan beberapa atom teraktivasi dan menjadi tidak stabil atau radioaktif (radionuklida). Untuk mencapai keadaan stabilnya, radionuklida tersebut akan melepaskan kelebihan energinya melalui transisi isomerik atau melalui peluruhan β^- atau β^+ yang pada umumnya akan diikuti oleh emisi sinar gamma. Sinar γ (gamma) yang diemisikan bersifat karakteristik, yaitu setiap radionuklida mengemisikan sinar γ dengan energi tertentu. Esensi dasar yang dibutuhkan untuk menganalisis sebuah sampel dengan metode AAN adalah sebuah sumber neutron, instrumentasi yang sesuai untuk mendeteksi sinar gamma yaitu spectrometer gamma, dan sebuah pengetahuan detail dari reaksi yang dibutuhkan ketika neutron berinteraksi dengan target.

2.2 Sumber Neutron

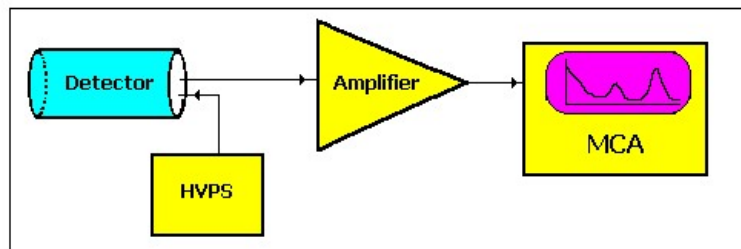
Sumber neutron yang umumnya ditemui adalah reaktor, akselerator, dan sumber neutron isotopik (Isotopic Neutron Source). Dari hasil reaksi pembelahan inti yang terjadi di reaktor nuklir, diperoleh neutron dengan nilai fluks yang tinggi. Tipe reaktor dan posisi di dalam reaktor akan memberikan perbedaan distribusi energi neutron dan fluks. Terdapat 3 reaktor nuklir di Indonesia yaitu Reaktor Serba Guna G.A Siwabessy di BATAN Serpong (PRSG), Reaktor TRIGA-2000 di BATAN Bandung (PSTNT) dan reaktor Kartini di BATAN Yogyakarta (PSTA).



Gambar 2. Reaktor Nuklir TRIGA-2000 Bandung dan fasilitas iradiasi

2.3 Perangkat Spektrometer Gamma

Spektrometer gamma merupakan instrumentasi yang digunakan pada metode Analisis Aktivasi Neutron. Instrumen ini dapat mendeteksi sinar gamma pada sampel yang telah diiradiasi. Instrumentasi/peralatan yang digunakan untuk mengukur sinar gamma dari sampel radioaktif umumnya terdiri dari detektor semikonduktor, peralatan elektronik, dan computer-based, multi-channel analyzer (MCA/computer), seperti ditunjukkan pada skema Gambar 3.



Gambar 3. Skema Spektrometer Gamma



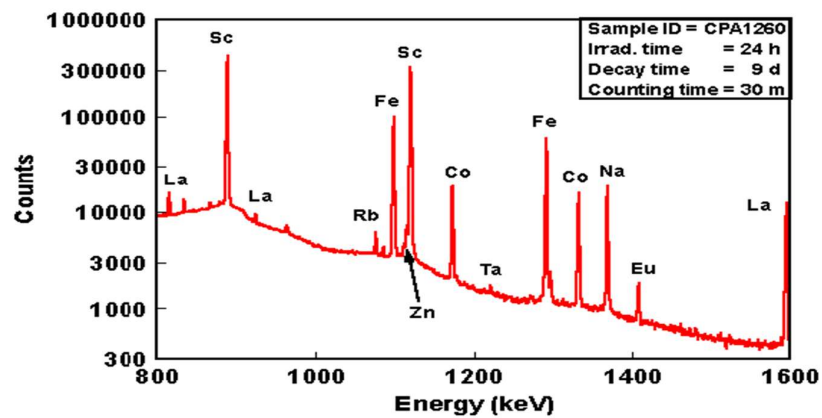
Bagian-bagian Spektrometri

Gamma :

1. Dewar pendingin detektor
2. HV Power Supply
3. Detektor semi konduktor HPGe
4. Penguat Awal
5. Penguat
6. MCA

Gambar 4. Spektrometer Gamma

Pulsa yang dihasilkan detektor diperkuat dan dibentuk dalam penguat awal (preamp) dan diperkuat dalam amplifier. Di dalam MCA, pulsa dipilah berdasarkan tingginya ~ channel. Pulsa dengan tinggi tertentu akan dicatat cacahnya dalam channel dengan nomor tertentu. Output berupa laju cacah (cps) dan energi. Tujuan utama dari pengukuran oleh spektrometer sinar gamma adalah penentuan jumlah dan energi foton yang diemisikan oleh sumber (sampel radioaktif). Untuk penentuan energi, skala tinggi pulsa harus dikalibrasi dengan sumber standar pemancar foton dengan besaran energi diketahui. Spektrum yang mengindikasikan puncak-puncak pada energi gamma spesifik untuk setiap unsur. Spektrum gamma tersebut ditampilkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Spektrum Gamma

2.4 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif

Sinar- γ yang dipancarkan oleh berbagai unsur dalam sampel setelah aktivasi dengan neutron dianalisis menggunakan spektrometri- γ karena setiap unsur dalam sampel memancarkan sinar- γ dengan karakteristik tersendiri. Analisis kualitatif dilakukan berdasarkan penentuan energi sinar- γ karakteristik sedangkan analisis kuantitatif dilakukan berdasarkan penentuan intensitas sinar- γ .

Metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN) memiliki kepekaan tinggi dan akurat yang mampu mendeteksi unsur sampai orde part per million atau ppm (1×10^{-6}) dan untuk unsur-unsur tertentu bahkan hingga orde part per billion atau ppb (1×10^{-9}). Metode ini juga mampu menganalisis multi unsur yang terkandung dalam berbagai jenis sampel dalam satu kali pengukuran.

Analisis kuantitatif AAN terdiri dari 2 metode yaitu metode absolut dan metode komparatif. Prosedur metode komparatif distandarisasi dan dikalibrasi menggunakan standar dari unsur yang hendak dianalisis. Standar dari unsur yang identik di iradiasi dengan kondisi iradiasi yang sama dengan sampel dan aktivitas diukur pada kondisi pengukuran yang sama dengan sampel. Sehingga kadar unsur dalam suatu sampel dapat ditentukan menggunakan persamaan berikut:

$$Kadar\ unsur = \frac{A0_{spl}}{A0_{std}} \times \frac{W_{std}}{W_{spl}} \quad (1)$$

dimana

$A0_{spl}$: aktivitas awal pencacahan sampel [cps]

$A0_{std}$: aktivitas awal pencacahan standar [cps]

W_{std} : berat standar [μ g]

W_{spl} : berat sampel [g]

Adapun data $A0$ dapat diperoleh dari perhitungan berikut :

$$A0 = \frac{At}{\exp(-0.693 \times \frac{\Delta t}{T_{1/2}})} \quad (2)$$

dimana

At : aktivitas pencacahan pada waktu t [cps], diperoleh dari net peak area/real time

Δt : beda waktu (t pencacahan – t iradiasi) [detik]

$T_{1/2}$: umur paro [detik]

2.5 Penanganan Sampel Pasca Pencacahan

Sampel/standar pasca pencacahan adalah sampel/standar hasil iradiasi pendek/panjang yang sudah dicacah dan dapat diiradiasi ulang (hasil iradiasi pendek) atau dicacah ulang apabila diperlukan setelah dilakukan pendinginan. Berikut ini prosedur penanganan sampel pasca pencacahan, yang mengacu pada instruksi kerja lab PSTNT (IK 01 TP 022).

1. Pisahkan antara sampel/standar pasca pencacahan yang akan diiradiasi ulang dengan yang tidak akan diiradiasi ulang.
2. Pastikan sampel/standar tersebut dilengkapi identitas. Masukkan ke dalam wadah plastik tertutup berdasarkan tanggal iradiasi.
3. Simpan wadah tersebut di tempat penyimpanan sampel/standar pasca pencacahan yang telah ditentukan di lab pneumatik.
4. Sampel/standar yang telah disimpan (pendinginan) dan tidak akan dilakukan diiradiasi atau dicacah ulang, dapat dibuang ke tempat yang telah ditentukan.
5. Hindari tempat penyimpanan sampel/standar pasca pencacahan mengingat paparan yang boleh diterima oleh setiap personel tidak boleh melebihi 2,5 mrad/jam.

BAB III

PERALATAN DAN BAHAN

3.1 Peralatan

- Spektrometer Gamma multi saluran Canberra
- Pinset
- Dosimeter saku
- Alat pelindung diri (jas lab, alas kaki, sarung tangan, dan masker)

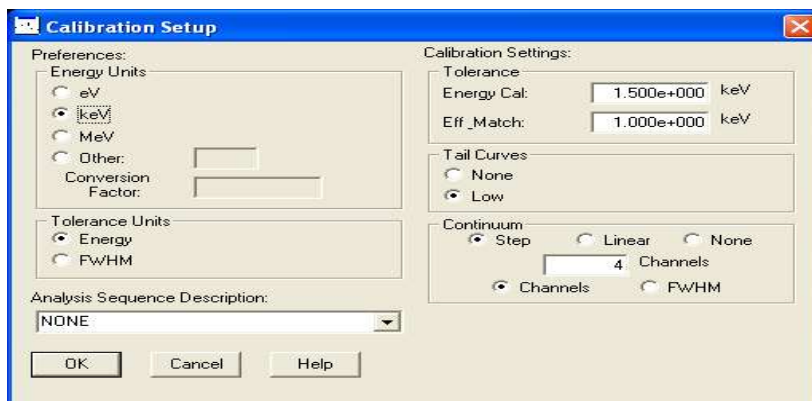
3.2 Bahan

- Mix standard QCRB 1186
- Sampel pasca iradiasi
- SRM

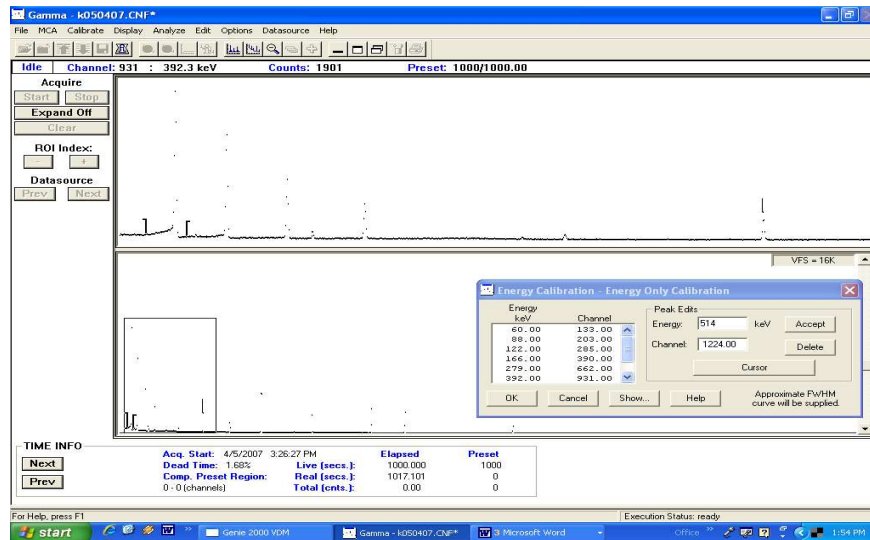
BAB IV TATA KERJA

4.1 Kalibrasi energi

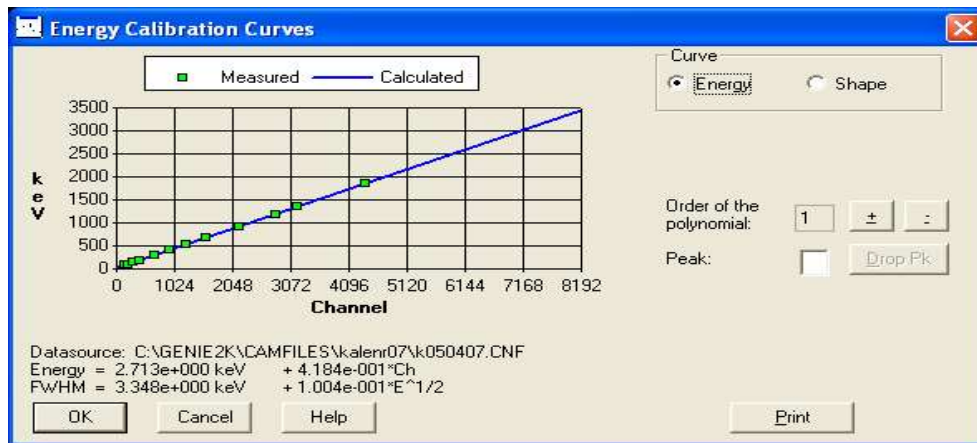
Kalibrasi energi adalah menentukan energi per saluran/channel. Sebelum melakukan kalibrasi, dipastikan terlebih dahulu bahwa spektrometer gamma multi dengan tampilan Gamma Acquisition and Analysis di layar, siap untuk dioperasikan. Kemudian mix standar QCRB1186 diletakkan di atas detektor dengan jarak/geometri diatur sesuai kebutuhan. Pencacahan dilakukan selama 1000 detik atau atur sampai puncak-puncak energi sinar gamma dari sumber standar mempunyai luas puncak yang cukup > 10000 . Setelah selesai pencacahan, dilakukan pengamatan spektrum sinar gamma yang ditampilkan di layar. Pilih dan klik menu Calibrate, lalu klik Setup. Di layar akan ditampilkan kotak dialog Calibration Setup. Parameter yang diset program Genie ini tidak perlu diubah kecuali untuk Tail Curves pilih Low karena detektor germanium cenderung memunculkan pulsa ekor pada sisi puncak energi rendah, selanjutnya klik OK/tekan tombol <Enter>.



Pilih dan klik menu Calibrate lalu klik Energy Only Calibration, di layar akan ditampilkan kotak dialog Energy Calibration-Energy Only Calibration. Klik Cursor pada kotak Peak Edits maka kotak Channel akan terisi data posisi puncak. Ketikkan angka energi pada kotak isian Energy dalam Peak Edits, lalu klik Accept, maka data energi dan nomor saluran peak pertama akan terlihat di kotak dialog. Untuk menghapus data yang salah klik Delete.



Setelah selesai melakukan kalibrasi energi kemudian klik Show, maka di layar akan ditampilkan kurva linear dari kalibrasi energi tersebut. Apabila tidak diperoleh kurva linear lakukan kalibrasi ulang dengan benar, kemudian klik OK, lalu akhiri klik OK untuk menghilangkan kotak dialog Energy Calibration-Energy Only Calibration dari layar. Selanjutnya spektrometer sinar gamma ini siap untuk dioperasikan.



4.2 Pencacahan Sampel/Standar

Beberapa definisi dalam pencacahan:

- Pencacahan radionuklida waktu paro pendek adalah pengukuran keradioaktifan imbas radionuklida yang mempunyai waktu paro < 90 menit sedangkan pencacahan radionuklida waktu paro panjang adalah pengukuran keradioaktifan imbas radionuklida yang mempunyai waktu paro > 4 hari.

- Waktu paro adalah waktu yang diperlukan radionuklida untuk meluruh sehingga aktivitasnya menjadi setengahnya.
- Waktu mati adalah selang waktu minimum antara dua sinyal pulsa berturutan yang perlu dipisahkan agar keduanya dapat dicacah.

Prosedur pencacahan dilakukan sebagai berikut:

1. Pastikan bahwa spektrometer sinar- γ multisaluran Canberra dengan tampilan Gamma Acquisition and Analysis di layar, siap untuk dioperasikan dan telah terkalibrasi (kalibrasi energi) dengan baik.
2. Keluarkan sampel/standar dari tempat penyimpanan sementara.
3. Ambil sampel/standar yang akan dicacah dengan pinset, letakkan di atas detektor dengan jarak/geometri diatur sesuai kebutuhan. Untuk aktivitas tinggi, jarak harus cukup jauh sehingga waktu mati (dead time) menunjukkan $< 20\%$.
4. Lakukan pencacahan terhadap sampel/standar secara bergantian sampai diperoleh puncak-puncak energi dari radionuklida yang diamati.
5. Hasil pencacahan berupa spektrum sinar- γ yang ditampilkan di layar dapat disimpan dalam media penyimpan data.
6. Simpan kembali sampel/standar yang sudah dicacah ke tempat semula. Selanjutnya sampel/standar tersebut dapat disimpan di tempat penyimpanan sampel/standar pasca pencacahan.

4.3 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif

Hasil pencacahan sampel dan standar yang dilakukan pada prosedur sebelumnya berupa spectrum gamma. Dalam spectrum gamma tersebut terdapat puncak-puncak dengan energi gamma karakteristik untuk setiap unsur. Spektrum tersebut dapat ditampilkan berupa *peak analysis report* yang berisi informasi energi, luas area pencacahan, waktu cacah, lama cacah serta dead time yang dapat digunakan untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan dengan mengidentifikasi puncak-puncak yang muncul pada pencacahan, dengan mengacu pada tabel energi gamma. Sedangkan analisis kuantitatif dilakukan dengan menggunakan persamaan (1) dan (2) pada bab teori.

File Edit Format View Help

***** G A M M A S P E C T R U M A N A L Y S I S *****

Filename: E:\AAN Data\Iradiasi 2019\03_IRPM Maret 2019\03_IRPM PSTNT Ma

Report Generated On : 8/17/2021 5:48:23 PM

Sample Title : 1 KOE 174 det 3 rak 10
Sample Description : Sampel IRPM 13-16 Maret 2019
Sample Identification : 1 KOE 174 det 3
Sample Type :
Sample Geometry : rak 1

Peak Locate Threshold : 3.00
Peak Locate Range (in channels) : 1 - 65535
Peak Area Range (in channels) : 1 - 65535
Identification Energy Tolerance : 1.000 keV

Sample Size : 1.000E+000 Unit

Sample Taken On :
Acquisition Started : 3/18/2019 3:17:54 PM

Live Time : 1000.0 seconds
Real Time : 1083.4 seconds

Dead Time : 7.70 %

Energy Calibration Used Done On : 3/18/2019
Efficiency Calibration Used Done On : ??????????
Efficiency ID :

Peak Analysis Report 7/30/2004 11:43:46 AM Page 1

***** P E A K A N A L Y S I S R E P O R T *****

Detector Name: DET01
Sample Title: Sample title.
Peak Analysis Performed on: 7/30/2004 11:42:05 AM
Peak Analysis From Channel: 1
Peak Analysis To Channel: 8192

	Peak No.	ROI start	ROI end	Peak centroid	Energy (keV)	FWHM (keV)	Net Peak Area	Net Area Uncert.	Continuum Counts
	1	232-	245	238.23	88.24	1.01	6.65E+002	101.04	2.12E+003
	2	1770-	1792	1781.13	661.87	1.62	4.62E+004	300.85	6.57E+003
M	3	3141-	3187	3156.62	1173.26	2.51	1.66E+004	140.30	7.89E+002
m	4	3141-	3187	3174.00	1179.72	2.29	3.99E+002	64.11	5.16E+002
	5	3571-	3601	3585.81	1332.83	2.21	1.45E+004	152.29	1.42E+003
	6	6723-	6761	6742.34	2506.38	2.82	8.19E+002	34.09	5.85E+001

M = First peak in a multiplet region
m = Other peak in a multiplet region
F = Fitted singlet

Errors quoted at 1.000 sigma

TUGAS

Lakukan kalibrasi spectrometer gamma kemudian lakukan pencacahan sampel/standar dan analisis kualitatif dan kuantitatif (file tugas terlampir).

DAFTAR PUSTAKA

1. Sutisna, Prinsip AAN, Diktat Pelatihan Analisis Aktivasi Neutron Dengan Metoda K0, PUSDIKLAT BATAN 2006
2. LANDSBERGER, S. dan KAPSIMALIS, R., Journal of Environmental Radioactivity 117 (2013) 41-44.
3. Soewarno Wiryosimin, Mengenal Asas Proteksi Radiasi, Penerbit ITB Bandung (1995)
4. Prosedur Kerja Laboratorium PSTNT, IK 01 TP