

## VALIDASI METODA ANALISIS ISOTOP U-233 DALAM STANDAR CRM MENGGUNAKAN SPEKTROMETER ALFA

Noviarty, Yanlinastuti

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN

Email: artynov@yahoo.co.id

### ABSTRAK

**VALIDASI METODA ANALISIS ISOTOP U-233 DALAM STANDAR CRM MENGGUNAKAN SPEKTROMETER ALFA.** Validasi metoda dilakukan dengan tujuan untuk memastikan bahwa metoda analisis yang digunakan memberikan hasil yang dipercaya, karena isotop  $^{233}\text{U}$  adalah salah satu isotop yang akan digunakan sebagai bahan *tracer* untuk analisis isotop uranium yang terdapat dalam sampel. Validasi metoda dilakukan dalam dua langkah, yaitu melalui proses elektrodeposisi dan proses pengukuran dengan alpha spektrometer. Hasil validasi metode analisis diperoleh kandungan isotop  $^{233}\text{U}$  dan diperoleh kandungan isotop rerata sebesar  $0,00105\mu\text{g}$  dengan persen recovery 73,96% serta standar deviasi 0,0000356. Pada penentuan presisi yang digambarkan dengan standar deviasi, hasil pengukuran dapat diterima karena harga koefisien variansi (CV) pengukuran isotop  $^{233}\text{U}$  adalah 3.96% lebih kecil dibandingkan dengan harga koefisien variansi (CV) Horwitz-nya yaitu 5.61%. Dari hasil analisis ini dapat disimpulkan bahwa metoda analisis yang digunakan cukup valid dengan keberterimaan 95%.

**Kata kunci:** validasi, elektrodeposisi, spektrometri alfa, Standar  $\text{U}_3\text{O}_8$

### PENDAHULUAN

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>[1,2]</sup>. Validasi metoda dilakukan dengan tujuan untuk memastikan bahwa metoda analisis yang digunakan memberikan hasil yang dipercaya. Untuk memperoleh hasil pengukuran yang dapat dipercaya pada analisis isotop uranium menggunakan spektrometer alfa, maka dilakukan validasi metoda analisis terhadap bahan standar isotop  $^{233}\text{U}$  bersertifikat dari CRM.

Validasi isotop  $^{233}\text{U}$  menggunakan spektrometer alfa dilakukan, karena Isotop  $^{233}\text{U}$  adalah salah satu isotop yang akan digunakan sebagai bahan *tracer* untuk analisis isotop uranium yang terdapat dalam sampel. Pada kegiatan ini, validasi metoda analisis

isotop <sup>233</sup>U dibatasi pada penentuan yang berkaitan dengan parameter validasi seperti: konfirmasi identitas, presisi dan *recovery*.

Validasi metoda analisis untuk konfirmasi identitas diperoleh dari pencacahan isotop <sup>233</sup>U dalam sampel standar bersertifikat dari CRM. Sebelum dilakukan pencacahan isotop <sup>233</sup>U, terlebih dahulu dilakukan kalibrasi energi- $\alpha$  menggunakan standar AMR-43 bersertifikat. Sedangkan untuk presisi digambarkan dengan harga *repeatability* dari standar. *Repeatability* ditentukan dari nilai standar deviasi yang diperoleh dari 7 kali pengulangan pengukuran standar. Untuk keberterimaannya dilakukan pengujian dengan persamaan Horwitz menggunakan rumus:<sup>[2,3]</sup>

$$CV\% = \frac{\text{Standar deviasi}}{\text{rerata pengukuran}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

$$CV \text{ Horwitz } (\%) = 2^{1-0.5 \log \text{ rerata pengukuran}} \dots\dots\dots (2)$$

Dengan : CV (%) = persen koefisien variansi

CV Horwitz(%) = persen koefisien variansi menurut Horwitz

Hasil pengujian tersebut dapat diterima jika koefisien variansi (CV%) pengukuran lebih kecil dari persen CV Horwitz .

**TATA KERJA**

**Bahan yang digunakan**

Standar AMR-40 digunakan sebagai bahan untuk kalibrasi energi, menentukan efisiensi detektor, dan menentukan *recovery*. Bahan standar isotop <sup>233</sup>U bersertifikat dari CRM digunakan sebagai bahan standar acuan untuk penentuan proses *recovery* elektrodeposisi, HCl 0,1 N digunakan sebagai pelarut, NH<sub>4</sub>OH pekat dan amonium klorida jenuh digunakan sebagai larutan elektrolit pada proses elektrodeposisi, Aseton digunakan sebagai pengering sampel setelah proses elektrodeposisi dan Air Bebas Mineral digunakan sebagai bahan pengencer.

**Peralatan yang digunakan**

Untuk pelarutan sampel digunakan alat gelas dan timbangan analitik, sedangkan untuk preparasi sampel digunakan seperangkat alat elektrodeposisi. Sebagai alat ukur sampel digunakan seperangkat alat spektrometer- $\alpha$  (alpha) EG & G ORTEC.

## Cara Kerja

### Proses elektrodeposisi<sup>[4]</sup>

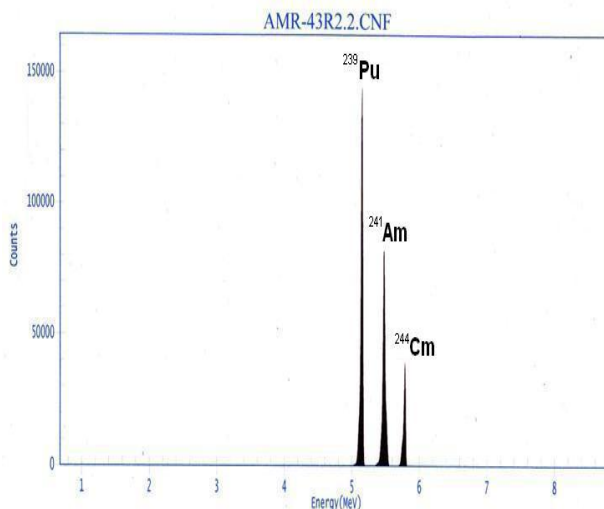
Proses elektrodeposisi larutan standar isotop  $^{233}\text{U}$  bersertifikat dari CRM dipipet 50  $\mu\text{L}$  diencerkan menjadi 25 mL dengan ABM. Selanjutnya larutan diencerkan lagi dengan memipet 250  $\mu\text{L}$  dan ditambahkan ABM hingga volume 50 mL, kemudian larutan yang sudah diencerkan tersebut dipipet 0.3 mL dan dimasukkan ke dalam 2 buah gelas piala, ditimbang berat larutannya. Selanjutnya larutan dituangkan ke dalam sel/tabung elektrodeposisi dan dibilas menggunakan larutan elektrolit  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  dengan total volumenya 10 mL. Setelah elektroda platina (anoda) dimasukan ke dalam larutan, kemudian larutan dihubungkan dengan sumber arus 1,2 A dengan tegangan 8.2 Volt, dan proses elektrodeposisi dibiarkan berlangsung selama 2 jam. Setelah proses elektrodeposisi berlangsung selama 2 jam kemudian ditambahkan 1 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  pekat ke dalam sel, selanjutnya proses elektrodeposisi dihentikan 10 menit setelah penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  pekat. Sel/ tabung elektrodeposisi dibiarkan hingga dingin, setelah dingin larutan dalam sel elektrodeposisi dituangkan ke tempat khusus limbah bekas elektrodeposisi dan sel dibilas 3 kali dengan larutan 0,15 M  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Rangkaian sel dibongkar dan dicuci, planset dibilas dengan larutan aseton kemudian dikeringkan di udara bersih beralaskan kertas tisu. Planset siap untuk diukur cacahannya dengan menggunakan spektrometri- $\alpha$ .

### Proses pengukuran isotop $^{233}\text{U}$ dengan spektrometer- $\alpha$ <sup>[5]</sup>

Pengukuran sampel uranium standar (isotop  $^{233}\text{U}$ ) hasil proses elektrodeposisi dilakukan dengan menggunakan alat spectrometer- $\alpha$ . Waktu pencacahan 5000 detik, pada jarak 1 cm (Tray 2) dari detektor setelah energi- $\alpha$  terkalibrasi.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Untuk menentukan konfirmasi identitas isotop  $^{233}\text{U}$  terlebih dahulu dilakukan kalibrasi energi- $\alpha$  menggunakan standar AMR-43 yang mengandung isotop  $^{241}\text{Am}$ ,  $^{243}\text{Cm}$  dan  $^{239}\text{Pu}$ . Dari hasil pencacahan diperoleh spektrum energi AMR 43 seperti ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum isotop AMR-43 (isotop <sup>239</sup>Pu, <sup>241</sup>Am, dan <sup>244</sup>Cm)

Selanjutnya dimasukkan nilai spektrum energi dari sertifikat pada masing-masing isotop yaitu energi 5,155 MeV untuk isotop <sup>239</sup>Pu, energi 5,486 MeV untuk isotop <sup>241</sup>Am, dan energi 5,785 MeV untuk isotop <sup>243</sup>Cm. Kemudian dilakukan perhitungan besaran efisiensi detektor dengan menggunakan rumus :

$$Eff = \frac{A \text{ Cps}}{\text{Yield}} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

- Dengan: Eff = Efisiensi;
- A = Aktifitas dihitung dari sertifikat;
- cps = cacah persatuan detik;
- Yield = diperoleh dari tabel isotop.

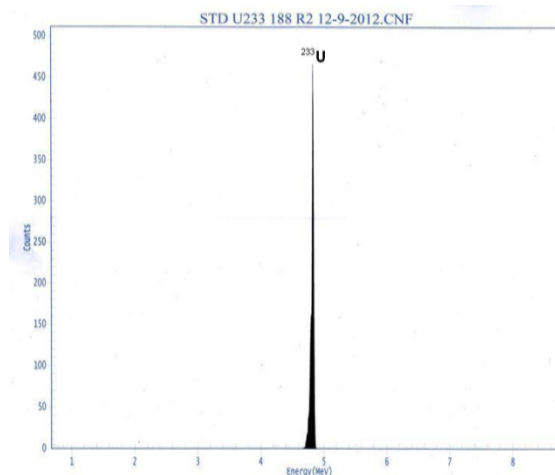
Pengujian besaran efisiensi detektor yang dihasilkan dari pengukuran standar AMR43, dilakukan pada berbagai jarak (digambarkan dengan tingkatan rak). Besaran efisiensi detektor yang diperoleh digunakan untuk menghitung besarnya aktivitas dari sampel standar AMR43. Hasil pengukuran efisiensi detektor diperoleh ditunjukkan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Data hasil pengukuran standar AMR43 dengan variasi jarak sumber ke detektor

Jarak Tray ke detektor	cps ( $^{239}\text{Pu}$ )	cps ( $^{241}\text{Am}$ )	cps ( $^{244}\text{Cm}$ )	Eff Detektor
2	649,594	478,788	178,213	0,370
4	279,640	205,391	76,666	0,155
6	138,369	101,965	38,137	0,078
8	80,020	58,754	21,836	0,046
10	51,555	37,915	14,062	0,030
12	36,124	26,664	9,933	0,020
14	26,501	19,423	7,308	0,013

Pada Tabel 1 terlihat bahwa semakin jauh jarak sumber ke detektor semakin kecil besaran efisiensi yang dihasilkan, efisiensi terbesar terjadi pada pengukuran sampel posisi *tray* 2 sehingga pengukuran sampel selanjutnya dilakukan pada posisi *tray* 2.

Setelah besaran efisiensi detektor diperoleh, dilakukan pengukuran larutan standar isotop  $^{233}\text{U}$ . Pada pengukuran tersebut diperoleh konfirmasi identitas dari isotop isotop  $^{233}\text{U}$  yang ditunjukkan dengan tercacahnya spektrum pada energi 4,824 MeV. Spektrum energi tercacah dicocokkan dengan energi isotop  $^{233}\text{U}$  dari tabel isotop.<sup>[6]</sup> Spektrum hasil pengukuran isotop  $^{233}\text{U}$  ditunjukkan pada Gambar 2.

Gambar 2. Spektrum Standar Isotop  $^{233}\text{U}$

Selanjutnya kandungan isotop <sup>233</sup>U dalam larutan standar ditentukan melalui perhitungan nilai cacah per detik dari luas spektrum isotop <sup>233</sup>U pada energy 4.824MeV dengan yield 0.55, menggunakan persamaan (3),(4) dan (5).

$$W = \frac{N}{\text{Bilangan Avogadro}} \times BA \dots\dots\dots(4)$$

$$A = \lambda N \text{ dan } \lambda = 0,693/T$$

$$N = AT/ 0,693 \dots\dots\dots(5)$$

Dengan :

W = berat unsur dalam sampel(gram)

A = Aktifitas (dps)

N = cacah butir atom

T = waktu paro

BA = berat atom

Bilangan Avogadro = 6,02 x 10<sup>23</sup>

Sedangkan untuk *recovery* ditentukan dengan menggunakan rumus:

$$\text{Recovery} = \frac{C \text{ standar terukur}}{C \text{ standar sertifikat}} \times 100\% \dots\dots\dots(6)$$

Dari perhitungan dan hasil pengukuran isotop <sup>233</sup>U yang dilakukan dengan 7 kali pengulangan dan dengan waktu cacah 20000 detik, diperoleh data seperti yang disajikan pada tabel 2.

Tabel 2. Data Hasil Analisis isotop <sup>233</sup>U Menggunakan Spektrometer-α

No	Area (cacah/dtk)	<sup>233</sup> U terukur (µg)	<sup>233</sup> U teoritis (µg)	% <i>Recovery</i>
1.	0,0279	0,00103	0,00142	72,62
2.	0,0284	0,00105		73,96
3.	0,0289	0,00107		75,23
4.	0,0287	0,00106		74,74
5.	0,0281	0,00104		73, 18
6.	0,0286	0,00106		74,45
7.	0,0282	0,00104		73,39
Rerata		0,00105		73,96
Standar Deviasi (SD)			0,0000356	

Pada tabel 2 terlihat kandungan  $^{233}\text{U}$  terukur rerata sebesar  $0,00105\mu\text{g}$  dengan persen *recovery* 73,96% dan standar deviasi  $0,000356$ . Standar deviasi (SD) yang diperoleh cukup kecil, hal ini menunjukkan bahwa hasil pengukuran terpusat (presisi) sehingga mendekati nilai benar (penyimpangan pengukuran  $>5\%$ ). Untuk keberterimaannya dilakukan pengujian dengan persamaan Horwitz menggunakan persamaan <sup>[2.3]</sup>.

Dari pengujian tersebut diperoleh persen koefisien variansi (CV%) pengukuran  $^{233}\text{U}$  sebesar 3,96 %, sedangkan CV Horwitz nya adalah 5,61%. Harga CV% pengukuran isotop  $^{233}\text{U}$  lebih kecil dari CV Horwitz sehingga hasil pengukuran dapat diterima. Besar pemungutan atau *recovery* dari isotop  $^{233}\text{U}$  rerata adalah 73,96%. *Recovery* pemungutan yang diperoleh telah dianggap memenuhi persyaratan, karena parameter proses elektrodeposisi (tegangan, arus, waktu dan *buffer* elektrolit) maupun parameter pengukuran dengan alat spektrometer- $\alpha$  (jarak, *dead time*, efisiensi detektor) yang digunakan dalam pengukuran telah optimal sehingga hasil pengukuran yang diperoleh juga sudah maksimum. Berdasarkan pada hasil penentuan parameter validasi seperti : konfirmasi identitas, presisi dan *recovery*, dapat dinyatakan bahwa metoda analisis untuk pengukuran isotop  $^{233}\text{U}$  menggunakan spektrometer alpha telah tervalidasi sehingga metoda ini dapat diterapkan pada analisis isotop  $^{233}\text{U}$  dalam sampel PEB  $\text{U}_3\text{Si}_2\text{Al}$  pasca iradiasi.

## KESIMPULAN

Pada penentuan validasi metoda analisis isotop  $^{233}\text{U}$  menggunakan spektrometer- $\alpha$ , diperoleh hasil pengukuran analisis isotop  $^{233}\text{U}$  kandungan  $^{233}\text{U}$  terukur rerata sebesar  $0,00105\mu\text{g}$ , dengan persen *recovery* 73,96% dan standar deviasi  $0,000356$ . Hasil pengukuran telah memenuhi persyaratan berdasarkan pada hasil penentuan parameter validasi seperti; konfirmasi identitas, presisi dan *recovery* sehingga metode analisis terhadap isotop U dapat diterapkan pada analisis isotop  $^{233}\text{U}$  dalam sampel PEB  $\text{U}_3\text{Si}_2\text{Al}$  pasca iradiasi.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih banyak kami sampaikan kepada tim KPTFBP-PTBBN dan TIM Majalah PIN atas koreksi dan diterbitkannya makalah ini.

**DAFTAR PUSTAKA**

- [1]. NOVIARTY, dkk "Validasi Metoda Penentuan Unsur Radioaktif Pb-212, Cs-137, K-40 Dengan Spektrometer Gamma " Majalah Ilmiah Pengelolaan Instalasi Nuklir Edisi No. 1 tahun 2008.
- [2]. HARMITA, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metoda dan Cara Perhitungannya, Majalah Ilmu Kefarmasian, ISSN : 1693-9883, Vol.I, No.3, Desember 2004
- [3]. ROBERT L. ANDERSON, "*Practical statistics for Analytical chemists* ", Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1987.
- [4]. AMERICAN STANDARD TEST METHODS, ASTM-E 320-79, "Standar Test Methods for Radiochemical Determination of Uranium Isotopes in Soil by Alpha Spectrometry, Designation:C1000-90.Vol. 12.01 page 521-524, 1990.
- [5]. ANONIM, "*Operator's Manual Spectrometer Alpha EG & G ORTEC* ", EG & G ORTEC Tennessee, USA, Tahun 1990.
- [6]. PROF.DR YUKIO MURAKASHI dkk., "Buku Data Radiasi" Chizing Pustaka Japan,1982.