



STUDI METODE ANALITIK PENENTUAN P-32 DALAM RAMBUT

ID0000080

Syarbaini, Erwansyah Lubis
Pusat Teknologi Pengolahan Limbah Radioaktif - BATAN
Sarwani
Pusat Reaktor Serba Guna - BATAN

ABSTRAK

STUDI METODE ANALITIK PENENTUAN P-32 DALAM RAMBUT. Dosis neutron pada kecelakaan kekritisasi dapat diduga dengan pengukuran radionuklida hasil aktivasi neutron dalam rambut. Pada penelitian ini, telah dipelajari metode analitik penentuan P-32 dalam contoh rambut yang diradiasi pada reaktor G. A. Siwabessy. Metode analitik ini terdiri dari pelarutan contoh rambut dengan HNO_3 10M, pemisahan dan pemurnian P-32 secara pengendapan sebagai amonium molibdo posfat. Akhirnya, endapan diukur dengan alat cacah berlatar belakang rendah sistem α/β . Aktivitas minimum P-32 yang dapat dideteksi adalah 0,05 Bq pada kondisi cacahan latar 4,6 cpm, efisiensi pencacahan 55 % dan waktu pencacahan 30 menit.

ABSTRACT

STUDY ON THE ANALYTICAL METHOD FOR DETERMINATION OF P-32 IN HUMAN HAIR. Neutron dose due to accident criticality can be estimated by measuring of radionuclide of neutron activation products in human hair. In this work, the analytical method for the determination of P-32 in neutron irradiated hair sample by G. A. Siwabessy reactor has been studied. This analytical method consists of dissolving of human hair sample by 10 M HNO_3 , separation and purification of P-32 by precipitation as ammonium molybdo phosphat. Finally, the precipitate was measured by low background α/β counter. The minimum detectable activity of P-32 was 0,05 Bq at a background of 4,6 cpm and with a counting efficiency of 55 % for a 30 minute counting time.

PENDAHULUAN

Rambut, merupakan jaringan tubuh yang mempunyai kandungan sulfur cukup tinggi disamping kuku. Bila tubuh menerima penyinaran radiasi neutron dosis tinggi dan mendadak seperti kondisi kecelakaan kekritisasi, maka S-32 yang terdapat dalam rambut akan teraktivasi menjadi P-32. Kadar P-32 yang terbentuk dalam rambut sebanding dengan besarnya dosis neutron yang diterima.

Metoda pengukuran P-32 dalam matriks rambut masih belum banyak ditemukan dalam literatur. Y. Feng dkk. [1] melaporkan bahwa P-32 dalam contoh rambut dapat diukur langsung dengan "Low background liquid scintillation spectrometer" tanpa dilakukan pemisahan P-32 terlebih dahulu, karena umumnya energi- β dari unsur-unsur kontaminan berada dibawah energi- β P-32.

Pada penelitian ini aktivitas P-32 diukur dengan menggunakan "Automatic low background α/β counting system" setelah P-32 dipisahkan terlebih dahulu secara pengendapan sebagai amonium molibdo posfat (AMP). Efek "self absorption" oleh matriks endapan sangat dominan pengaruhnya terhadap hasil cacahan. Pengukuran aktivitas P-32 dengan metode ini perlu dikoreksi terhadap ketebalan

endapan, cacahan latar, efisiensi alat, rekoveri dan waktu peluruhan.

TEORI

Rambut mempunyai kadar sulfur +45 mg/g dan hampir sama sekali tidak mengandung posfor [1]. Isotop sulfur yang mempunyai kelimpahan isotop paling tinggi adalah S-32 (0,95). Berdasarkan ini, rambut dapat dimanfaatkan sebagai indikator neutron cepat, karena neutron cepat (energi >2,5 MeV) dapat mengaktivasi S-32 menjadi P-32 melalui reaksi S-32 (n,p) P-32. P-32 adalah unsur radioaktif, meluruh dengan memancarkan β murni dengan energi maksimum 1,7 MeV dan waktu paruh 14,3 hari. Unsur posfor dalam larutan yang bersifat asam dapat mengendap dengan amonium molibdat membentuk amonium molibdo posfat [2]. Sifat ini dapat digunakan untuk memurnikan P-32 dari unsur-unsur pemancar β lainnya dan mengukur aktivitas P-32 dengan alat α/β counter (Automatic low background α/β counting system LB 5100) buatan Tennelec.

Alat cacah berlatar belakang rendah sistem α/β model LB 5100 buatan Tennelec ini adalah sistem alat cacah yang dirancang untuk mengukur α dan β atau kedua-duanya yang

memiliki aktivitas sangat rendah. Alat cacah tersebut terdiri atas rangkaian yang meliputi detektor proporsional dengan isian gas P-10 yaitu campuran 90 % argon dan 10 % metan dan komponen-komponen mekanik lain yang dapat bekerja secara otomatis. Sistem alat cacah mempunyai dua detektor yaitu detektor untuk mencacah contoh berupa detektor proporsional dengan aliran gas dan detektor pelindung (guard detector) berupa detektor proporsional dengan volume tetap untuk mencacah sinar kosmik [3].

Detektor proporsional tergolong kepada jenis detektor isian gas (gas-filled detectors). Detektor jenis ini berupa gas tertutup yang diberikan medan listrik. Jika dikenai radiasi nuklir, partikel-partikel bermuatan (partikel α atau β atau elektron-elektron sekunder yang dihasilkan melalui proses ionisasi oleh radiasi γ) akan bergerak di dalam gas dan menghasilkan ion-ion positif dan negatif melalui tumbukan tak elastis dengan atom atau molekul. Dengan adanya medan listrik maka ion-ion tersebut akan bergerak ke arah katoda dan anoda, yang mengakibatkan terjadi perubahan tegangan dan menghasilkan pulsa listrik.

Pulsa yang keluar dari detektor relatif rendah maka pulsa listrik tadi diperbesar oleh sistem penguat yang terdiri atas penguat mula (preamplifier) dan penguat akhir (amplifier). Penguat mula berfungsi mengirimkan sinyal dari detektor ke penguat akhir dan penguat akhir berfungsi memperkuat sinyal dari penguat mula. Pulsa listrik dari sistem penguat tersebut diteruskan ke rangkaian diskriminator yang berfungsi menolak semua pulsa di bawah atau di atas ukuran tertentu. Pulsa dari detektor pelindung diteruskan melalui diskriminator tingkat bawah (LLD) dan pulsa dari detektor sampel diteruskan melalui diskriminator tingkat atas (ULD). Semua pulsa yang lolos dari diskriminator diteruskan ke rangkaian anti-koinidensi. Rangkaian anti-koinidensi berfungsi menyetop pulsa yang masuk bersamaan dan meneruskan pulsa yang datang tidak bersamaan. Bila pulsa datang bersamaan, berarti ada foton yang mengenai detektor pelindung dan detektor sampel secara otomatis dihentikan oleh rangkaian anti-koinidensi. Akan tetapi bila pulsa hanya datang dari detektor sampel, berarti pulsa

hanya datang dari sampel yang sedang diukur, sehingga diteruskan oleh rangkaian anti-koinidensi ke penganalisa tinggi pulsa. Dengan cara ini, laju cacah latar alat cacah dapat direduksi serendah mungkin, dimana hal ini sangat diperlukan sekali untuk mencacah radionuklida yang energi β -nya sangat lemah. Hasil pencacahan dicatat oleh alat pencatat (scaler) A untuk partikel α dan scaler B untuk partikel β .

Suatu hal yang perlu sekali diperhatikan pada pencacahan aktivitas a/b dengan alat cacah α/β adalah adanya efek "self absorption" energi α/β oleh matriks sumber itu sendiri. Efek ini sangat mempengaruhi efisiensi cacahan. Oleh karena itu alat cacah harus dikalibrasi terhadap ketebalan matriks sumber cacahan. Kalibrasi dapat dilakukan dengan mengukur laju cacah radionuklida standar pada berbagai ketebalan tetapi mengandung aktivitas yang sama.

BAHAN DAN TATA KERJA

BAHAN

- ♦ Larutan carrier fosfor (5 mg/ml)
- ♦ Dibuat dengan melarutkan 9,2845 g $(\text{NH}_4)_2\text{H}_2\text{PO}_4$ kering (dipanaskan selama 2 jam pada suhu 105°C dalam oven) dalam air suling dan diencerkan dengan aquades sampai 500 ml.
- ♦ Larutan $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 10 %
Dibuat dengan melarutkan 50 g kristal $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dalam air suling dan diencerkan menjadi 500 ml. Dipanaskan supaya melarut sempurna.
- ♦ Larutan standar Sr-90/Y-90, Pada penelitian ini, larutan standar Sr-90/Y-90 digunakan untuk mengkalibrasi sistem alat cacah LB 5100. P-32 standar tidak ada diperdagangkan karena P-32 berumur pendek (14,3 hari).
- ♦ Amonium molibdo posfat Digunakan untuk mengkalibrasi sistem alat cacah terhadap ketebalan matriks sumber cacahan.

PERALATAN

- ♦ Alat cacah α/β , model LB 5100 buatan Tennelec.

- ◆ Alat cacah Gamma, PCA-8000 buatan Nucleus yang dilengkapi dengan perangkat lunak Gamma Trac untuk analisis jenis dan jumlah radionuklida.

TATA KERJA

Contoh rambut dicuci dengan deterjen, air suling dan etanol, dikeringkan dalam oven dengan temperatur di bawah 80°C. Dipotong-potong dengan gunting stainless steel dan ditimbang. Contoh yang sudah ditimbang, dibungkus dengan aluminium foil, kemudian dimasukkan ke dalam ampul polietilen dan diirradiasi di reaktor G. A. Siwabessy pada daya 10 MW.

Contoh rambut dikeluarkan dari aluminium foil dan dimasukkan ke dalam gelas piala. Ditambahkan 2-3 ml HNO₃ 10 M dan 1 ml larutan carrier posfor. Dipanaskan sampai larut semua dan diuapkan larutan sampai hampir kering, kemudian diencerkan dengan air suling. Ditambahkan (NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O 10% sambil diaduk-aduk dan dipanaskan sampai endapan kuning terbentuk sempurna. Jika larutan terlalau asam endapan tidak akan terbentuk. Maka keasaman disesuaikan dengan penambahan NH₄OH 5 M. Larutan didinginkan dan endapan disaring. Endapan dilarutkan dengan NH₄OH 8M, dipindahkan ke dalam planset dan dikeringkan. Aktivitas P-32 diukur dengan pencacah α/β berlatar belakang rendah Nucleus LB 5100.

Prosedur yang sama dilakukan secara paralel terhadap contoh rambut yang tidak diirradiasi untuk menentukan besaran rekoveri. Harga ini dihitung berdasarkan perbandingan berat fraksi posfor sebagai ammonium molibdo posfat terhadap posfor carrier yang ditambahkan. Faktor gravimetric untuk perubahan berat endapan terhadap posfor adalah 0.016.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari beberapa pelarut yang telah digunakan untuk preparasi rambut, ditemukan bahwa rambut dapat larut dalam HCl 6M dan H₂SO₄ 8M setelah dipanaskan selama 1 jam pada suhu 90-100°C. Larutan NaOH atau KOH 1 M juga dapat melarutkan rambut pada suhu 90 - 100°C selama 1 jam, tetapi NaOH

atau KOH 10 M dapat melarutkan rambut pada suhu yang sama selama 15 menit. Rambut juga dapat larut sempurna dalam HNO₃ 10 M setelah dipanaskan pada suhu tersebut selama 10-15 menit. Cara yang terakhir ini dipilih untuk melarutkan rambut pada metoda analitik yang dikembangkan pada penelitian ini, karena pengendapan posfor dengan ammonium molibdat adalah dalam larutan bersuasana asam.

Untuk mengamati pengaruh unsur-unsur pengganggu terhadap pengukuran aktivitas P-32, contoh rambut setelah diirradiasi pada reaktor, dilarutkan dalam HNO₃ 10M, dikeringkan dalam planset dan dicacah langsung dengan alat cacah α/β LB 5100. Pencacahan dilakukan dengan interval waktu sesuai dengan umur paruh P-32. Kurva peluruhan P-32 disajikan pada Gambar 1. Terlihat bahwa kurva peluruhan hasil cacahan jauh menyimpang dari kurva peluruhan P-32 secara teori (perhitungan). Terjadinya penyimpangan ini adalah karena adanya unsur-unsur pemancar γ yang ikut terbentuk disamping P-32. Hal ini dapat dibuktikan dari hasil pencacahan contoh tersebut dengan spektrometer γ seperti pada Gambar 2. Adanya unsur-unsur pemancar γ ini memberikan kontribusi cacahan pada alat cacah.

Selanjutnya contoh rambut setelah diirradiasi, dianalisis dengan prosedur analitik yang dikembangkan pada penelitian ini. Dengan prosedur ini, P-32 dapat dipisahkan dengan baik dari unsur-unsur pengganggu. Hal ini dapat dilihat dari hasil kurva peluruhan seperti pada Gambar 3. Dapat juga dibuktikan dengan hasil pencacahan endapan yang terbentuk dengan spektrometer γ seperti yang disajikan pada Gambar 4. Rekoveri posfor dengan prosedur ini sangat baik sekali berkisar 98 - 100 %.

Untuk mengamati cacahan latar, contoh rambut blanko (rambut tanpa diirradiasi) dianalisis dengan prosedur ini, hasil diperlihatkan pada Tabel 1. Efisiensi cacahan dihitung dengan menggunakan larutan standar (Sr-90/Y-90) sebagai berikut : 0,2 ml larutan Sr-90/Y-90 (75 mBq/ml) ditambahkan pada 1 g ammonium molibdo fosfat standar dalam planset. Ditambahkan NH₄OH tetes demi tetes sampai ammonium molibdo posfat larut secara homogen dan kemudian dikeringkan. Efisiensi

dihitung dengan cara relatif yaitu membandingkan hasil cacahan sumber standar dengan aktivitasnya, rata-rata efisiensi diperoleh untuk 4 kali perlakuan adalah 55 %. Dengan cara yang sama, 0,2 ml larutan standar (Sr-90/Y-90) ditambahkan kepada sederetan berat amonium molibdo posfat standar. Laju cacah (Sr-90/Y-90) pada ketebalan 1 gram ammonium molibdo posfat standar dibandingkan terhadap laju cacah pada masing masing ketebalan. Kurva yang diperoleh diperlihatkan pada Gambar 5. Kurva standar ini digunakan untuk mengoreksi efisiensi cacahan contoh terhadap ketebalan endapan contoh.

Berdasarkan data hasil laju cacahan latar pada Tabel 1 dan efisiensi pencacahan, diperoleh harga aktivitas minimum P-32 yang dapat dideteksi (MDA) untuk prosedur analitik ini = 0,05 Bq. Harga ini diperoleh dengan menggunakan persamaan berikut :

$$MDA = \frac{4,66.VBg}{60.E.VT}$$

dimana, E=efisiensi, T = waktu cacah (menit), Bg = laju cacahan latar (cpm).

Contoh rambut dengan berat dan waktu iradiasi yang bervariasi dianalisis dengan metoda analitik ini, hasil disajikan pada Gambar 6. Aktivitas P-32 yang terbentuk bertambah dengan pertambahan berat dan waktu iradiasi. Bila fluens dan energi neutron diketahui, maka perkiraan dosis kecelakaan kekritisan melalui analisis P-32 dalam rambut dapat dilakukan.

KESIMPULAN

P-32 dalam rambut yang teraktivasi oleh neutron cepat, dapat dipisahkan dengan baik dari unsur-unsur produk aktivasi lainnya dengan teknik pengendapan sebagai ammonium molibdo posfat. Aktivitas P-32 pada endapan dapat diukur dengan alat cacah sistim α/β .

Pengukuran aktivitas P-32 dengan metoda ini perlu dikoreksi terhadap ketebalan endapan, cacahan latar, efisiensi alat, rekoveri dan waktu peluruhan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Y. FENG, K. S. BROWN, W. H. CASSON, G. T. MEI, L. F. MILLER and M. THEIN, "Determination of Neutron Dose From Criticality Accidents with Bioassays for Sodium-24 in Blood and Phosphorus-32 in Hair", Oak Ridge National Laboratory report, ORNL/TM-12028, (1993).
2. HASL, "Procedures Manual", U.S. Atomic Energy Commision, New York, (1972).
3. Introduction to Tennelec Low Back-ground Counting Systems and Instruction Manual, "Automatic Low Background α/β Counting System model LB 5100", Tennelec Inc., Oak Ridge, USA (1985).

DISKUSI

Supandi - PPSM

Biasanya untuk penentuan dengan metode aktivasi neutron digunakan juga dengan referensi standar. Upaya pendekatan apa dari hasil percobaan tersebut mohon dijelaskan.

Syarbaini

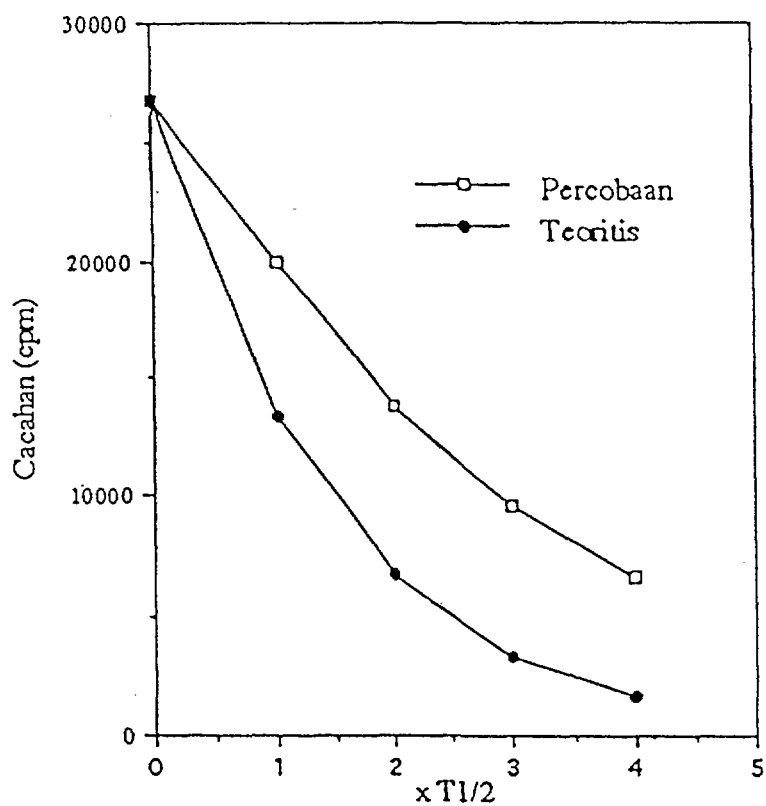
Penelitian ini masih penelitian tahap awal. Selanjutnya memang akan diaplikasikan terhadap referensi standar untuk melihat sejauh mana ketepatan dan ketelitian metode ini.

Junaidi - PT. Fajar Mas Murni

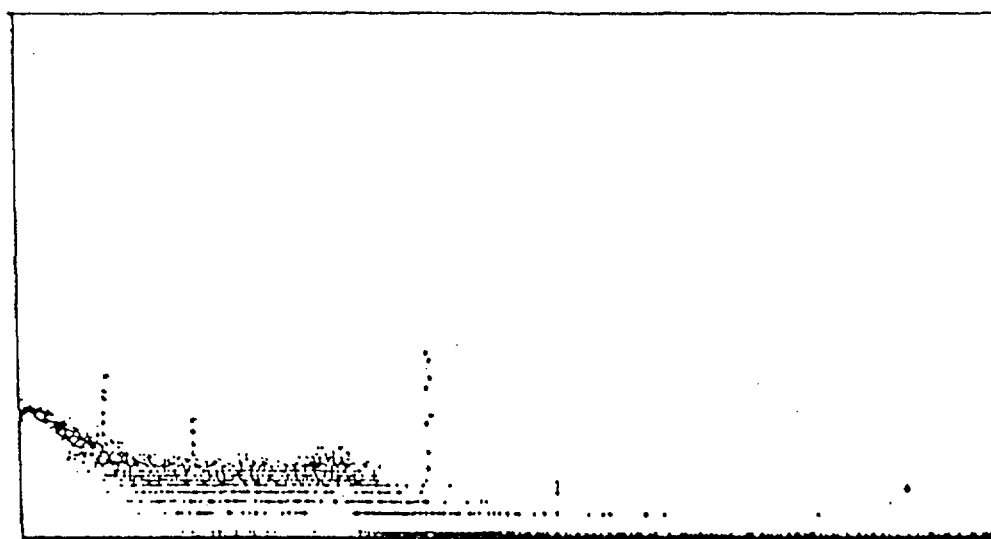
1. Apa pengaruh P-32 dalam rambut
2. Apa alasan Bapak untuk meneliti P-32 dalam rambut.

Syarbaini

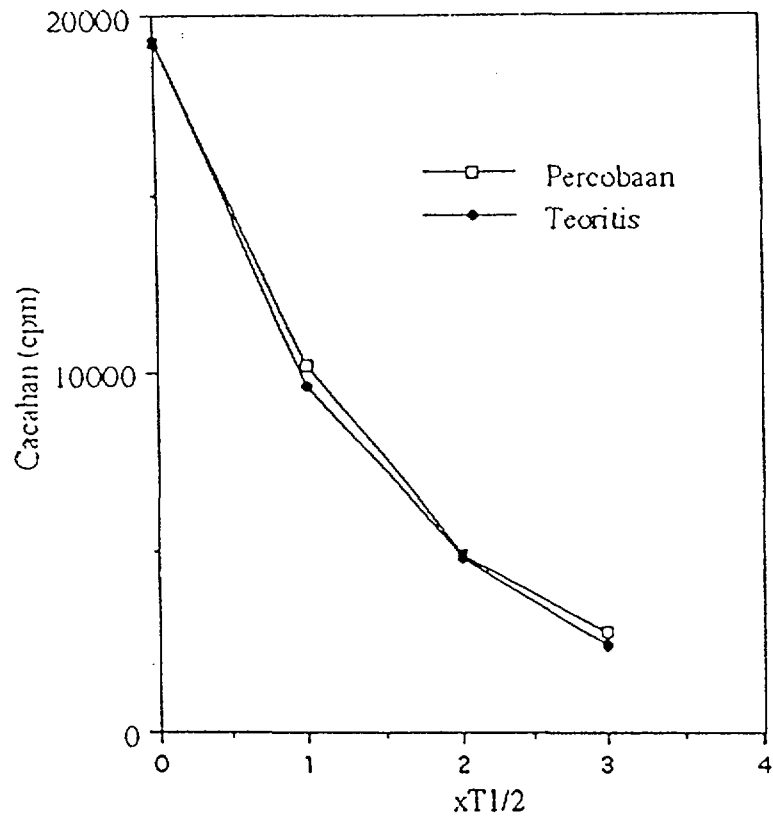
1. Dalam kondisi normal P-32 tidak ditemukan dalam rambut. P-32 terbentuk dalam rambut apabila seseorang terkena paparan neutron.
2. yang terbentuk dalam rambut dapat digunakan sebagai dosimeter neutron cepat.



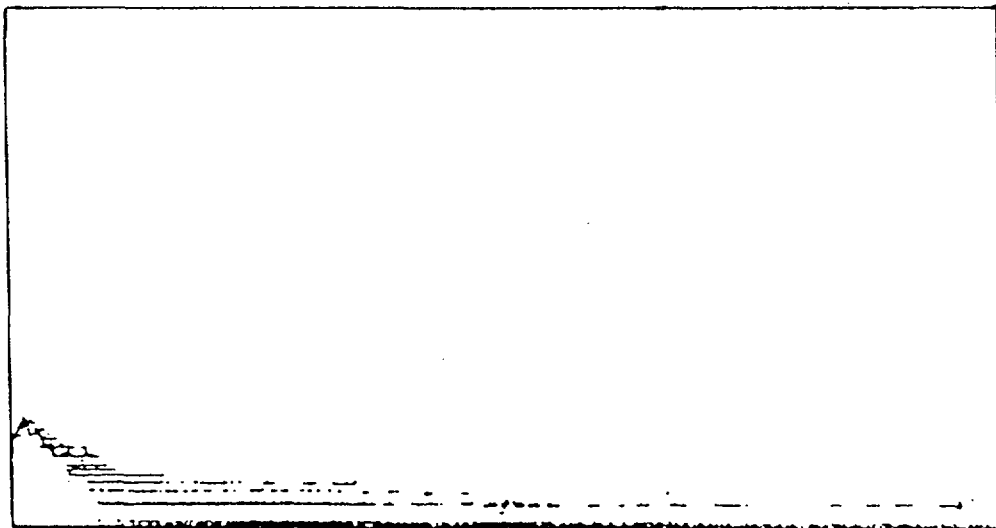
Gambar 1 : Kurva peluruhan P-32 dalam rambut tanpa pemisahan kimia



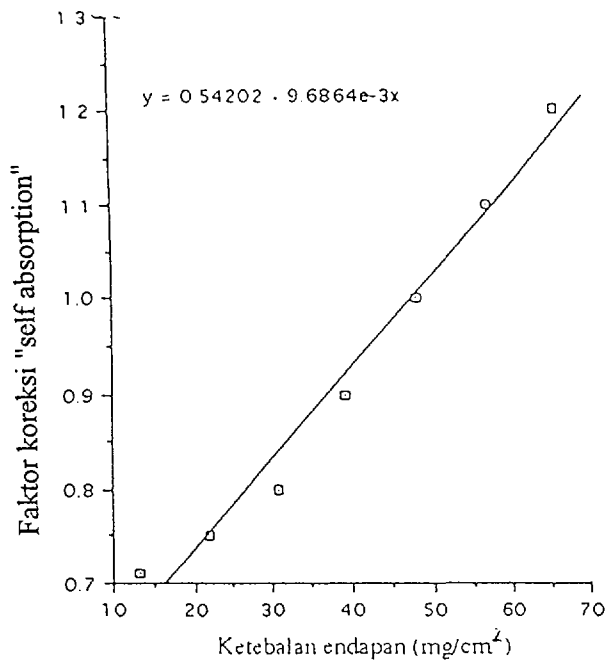
Gambar 2 : Spektrum gamma contoh rambut tanpa pemisahan



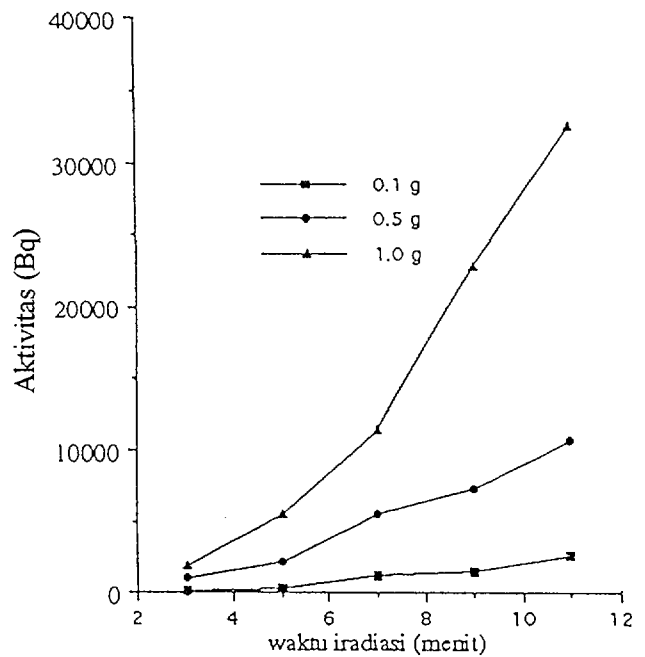
Gambar 3 : Kurva peluruhan P-32 dalam rambut dengan pemisahan kimia



Gambar 4 : Spektrum gamma contoh rambut setelah pemisahan



Gambar 5 : Kurva koreksi "self absorption" untuk P-32



Gambar 6 : Kurva hasil pencacahan P-32 dengan variasi berat rambut dan waktu iradiasi

Tabel 1 : Laju cacahan latar contoh rambut blanko

Berat (g)	Waktu Cacahan (menit)	Laju Cacahan (cpm)
0,5079	30	4,50
0,5007	30	4,65
0,4955	30	4,52
0,5248	30	4,59
0,5142	30	4,57
0,5014	30	4,30
0,5030	30	5,13
0,5033	30	4,48
0,5029	30	4,50
0,4990	30	4,60
RERATA		4,58