

DETERMINATION OF LIMIT DETECTION OF THE ELEMENTS N, P, K, Si, Al, Fe, Cu, Cd, WITH FAST NEUTRON ACTIVATION USING NEUTRON GENERATOR

Penentuan Batas Deteksi Unsur N, P, K, Si, Al, Fe, Cu, Cd, dengan Aktivasi Neutron Cepat Menggunakan Generator Neutron

Sunardi*, and Muryono

Center of Accelerator Technology and Material Process, National Nuclear Energy Agency, Kompleks Babarsari, Yogyakarta, Indonesia 55281

Received 1 March 2006; Accepted 25 April 2006

ABSTRACT

Determination of limit detection of the elements N, P, K, Si, Al, Fe, Cu, Cd, with fast neutron activation using neutron generator has been done. Samples prepared from SRM 2704, N, P, K elements from MERCCK, Cu, Cd, Al from activation foil made in San Carlos, weighted and packed for certain weight then irradiated during 30 minutes with 14 MeV fast neutron using the neutron generator and then counted with gamma spectrometry (accuspec). At this research condition of neutron generator was set at current 1 mA that produced neutron flux about $5,47 \cdot 10^7$ n/cm².s and experimental result shown that the limit detection for the elements N, P, K, Si, Al, Fe, Cu, Cd are 2,44 ppm, 1,88 ppm, 2,15 ppm, 1,44 ppm, 1,26 ppm, 1,35 ppm, 1,05 ppm, 2,99 ppm, respectively. The data indicate that the limit detection or sensitivity of appliance of neutron generator to analyze the element is very good, which is feasible to get accreditation AANC laboratory using neutron generator.

Keywords: limit detection, AANC, neutron generator.

PENDAHULUAN

Akselerator generator neutron merupakan salah satu peralatan utama iptek nuklir modern yang digunakan untuk analisis unsur dalam suatu bahan dengan teknik analisis aktivasi neutron cepat (AANC). Sumber neutron cepat 14 MeV dapat diperoleh dari generator neutron berdasarkan interaksi antara D + T atau reaksi $^2\text{H} + ^3\text{H} \rightarrow ^4\text{He} + \text{n}$. Untuk menunjang penelitian dengan menggunakan generator neutron diperlukan suatu pengakuan tentang kebenaran penilaian hasil uji yang dilakukan oleh alat tersebut. Salah satu hasil uji yang diperlukan adalah batas deteksi (*limit of detection*), sensitivitas atau kepekaan alat yang digunakan dalam analisis contoh uji sehingga diperoleh pengakuan dari pengguna jasa analisis yang dituangkan dalam sertifikat mutu. Sertifikasi mutu suatu laboratorium khususnya generator neutron bertujuan untuk memberikan jaminan kepada konsumen pengguna generator neutron bahwa hasil uji yang dihasilkan oleh laboratorium generator neutron tersebut mempunyai nilai kepekaan dan ketelitian yang baik.

Dengan masalah tersebut laboratorium analisis menggunakan generator neutron perlu melakukan penelitian dan pengujian batas deteksi terhadap suatu bahan dengan metode AANC, sehingga memperoleh data yang memenuhi BSN 01-1991 atau ISO 9002, sehingga data-data yang dihasilkan sangat menunjang pengakuan keberadaan suatu laboratorium generator neutron bagi masyarakat pengguna jasa

pengujian/analisis [1]. Dalam penelitian ini dilakukan penentuan batas deteksi (*limit of detection*) dan sensitivitas unsur N, P, K, Si, Al, Fe, Cu, Cd dengan metode aktivasi neutron cepat yang dihasilkan oleh generator neutron, sehingga data hasil penelitian dapat digunakan sebagai acuan penilaian terhadap kualitas alat generator neutron untuk analisis unsur dalam rangka memperoleh sertifikat akreditasi dari badan yang berwenang.

Pada dasarnya metode AANC adalah analisis unsur yang menggunakan neutron cepat untuk mengaktivasi suatu bahan/cuplikan, sehingga cuplikan menjadi radioisotop. Setelah cuplikan diaktivasi, maka cuplikan mengandung unsur yang dapat memancarkan sinar radioaktif dan dapat dicacah dengan alat spektrometri gamma.

Teknik analisis AANC didasarkan pada reaksi neutron cepat dengan inti, cuplikan yang akan dianalisis diirradiasi dengan menggunakan generator neutron. Inti atom unsur yang berada dalam cuplikan akan menangkap neutron dan berubah menjadi radioaktif dengan memancarkan sinar γ . Sinar γ yang dipancarkan umumnya memiliki energi yang karakteristik untuk setiap unsur/isotop, sehingga dapat diidentifikasi dengan menggunakan teknik spektroskopi gamma. Jumlah cacah kejadian peluruhan selama waktu untuk pencacahan (t_c) [2,3] adalah :

$$C = \frac{mN_A}{BA} a \frac{\phi\sigma\varepsilon}{\lambda} Y (1 - e^{-\lambda t_a}) e^{-\lambda t_d} (1 - e^{-\lambda t_c}) \quad (1)$$

* Corresponding author.

Email address : sunardip3tm@batan.go.id

dengan

ϕ = fluks neutron,
 σ = tampang lintang reaksi,
 λ = ketetapan peluruhan
 t_a = waktu yang diperlukan untuk iradiasi
 t_d = waktu tunda (cooling time)
 t_c = waktu yang diperlukan untuk pencacahan
 m = massa cuplikan
 a = kelimpahan relatif isotop cuplikan
 NA = bilangan Avogadro
 BA = berat atom unsur cuplikan

Dalam penelitian ini, untuk menghitung kadar cuplikan digunakan metode relatif atau komparatif, untuk itu diperlukan cuplikan standar yang mengandung unsur yang akan ditentukan, yang jumlah dan komposisi telah diketahui dengan pasti. Cuplikan standar tersebut dipersiapkan dengan perlakuan yang sama seperti cuplikan yang diselidiki dan diiradiasi bersama-sama, sehingga mengalami paparan neutron yang sama besarnya. Dengan jalan membandingkan laju cacah cuplikan dan standar dapat dihitung kadar unsur di dalam cuplikan.

Batas deteksi merupakan suatu nilai yang menyatakan berat minimum unsur dalam suatu cuplikan yang masih dapat dideteksi dengan peralatan yang digunakan. Dengan diketahui nilai batas deteksi, dapat dikatakan bahwa nilai tersebut merupakan nilai sensitivitas hasil pengujian dari alat tersebut. Untuk menghitung konsentrasi cuplikan yang diselidiki [4], dihitung dengan persamaan berikut:

$$mc = m_s(\mu g) \frac{a \cdot 10^6}{W (mg) \cdot 10^3 \cdot a_s} \quad (ppm) \quad (2)$$

dengan :

mc = berat unsur yang diselidiki
 m_s = berat unsur cuplikan standar
 W = berat cuplikan (mg)
 a = jumlah cacah cuplikan
 a_s = jumlah cacah standar
 Kesalahan atau ralat relatif unsur pada konsentrasi tersebut (mc) adalah

$$\delta mc = m_c \sqrt{(o_a / a)^2 + (o_{a_s} / a_s)^2} \quad (ppm) \quad (3)$$

Nilai batas deteksi (m_L) dapat dihitung dengan persamaan:

$$m_L = m_s(\mu g) \frac{(2,71 + 4,65\sqrt{B}) \cdot 10^6}{W(mg) \cdot 10^3 \cdot a_s} \quad (ppm) \quad (4)$$

Dengan:

m_s = berat unsur dalam cuplikan standar
 W = berat cuplikan (mg)
 B = laju cacah latar (*Background*),
 a_s = laju cacah standar
 Menurut Iyer [5], limit deteksi dalam analisis aktivasi dalam tampilan cacah adalah:

$$DL = \frac{3,29 \sqrt{B}}{S} \quad (5)$$

Dengan

B = cacah latar

S = sensitivitas deteksi atau cacah/berat

Sensitivitas (kepekaan) adalah ukuran kualitas metode yang menggambarkan kemampuan metode itu untuk mendeteksi suatu contoh uji. Dalam prakteknya kepekaan dinyatakan sebagai rasio kenaikan respon pengujian untuk setiap kenaikan kadar komponen contoh uji, sedang batas deteksi adalah untuk mengetahui kemampuan alat ukur yang dipakai untuk analisis contoh uji.

METODE PENELITIAN

Bahan

Pada penelitian ini bahan yang digunakan adalah unsur standar *SRM 2704 (Standard Reference Materials 2704)*, cuplikan *N* dari NH_4F buatan Merck, cuplikan *P* dari KH_2PO_4 , cuplikan *K* dari *KCl* buatan Merck, cuplikan *Si*, *Fe* buatan Merck, dan cuplikan *Cu*, *Cd*, *Al* dari *Standard Activation Foil* buatan San Carlos, California.

Alat

Peralatan yang digunakan adalah unit generator neutron *SAMES J-25*, *PC/AT* dan *AccuSpec*, perangkat spektrometer gamma dengan detektor *HPGe*, wadah ampul polyethilen, timbangan analitik, stopwatch dan alat bantu lain.

Prosedur Kerja

Persiapan cuplikan

Disiapkan beberapa cuplikan yang terdiri dari *Si*, *Al*, *Fe*, NH_4F , KH_2PO_4 , dan *KCl*. Cuplikan ditimbang dengan beberapa variasi massa dan dimasukkan dalam wadah vial polietilen dan diberi label. Preparasi cuplikan dan standar dilakukan di laboratorium akselerator pada suhu ruangan 29 °C, kelembaban relatif adalah 70 %.

Iradiasi dan pencacahan

Sebagai sumber neutron digunakan generator neutron *SAMES J-25* yang dapat menghasilkan neutron cepat dengan energi 14 MeV. Wadah yang berisi cuplikan dan standar diiradiasi dengan neutron cepat yang dihasilkan oleh generator neutron selama 30 menit, dengan arus deuteron 1 mA, tegangan operasi generator neutron adalah 110 kV, kemudian segera dicacah dengan spektrometri gamma (*accuspec*) dengan detektor *HPGe*. Kondisi optimum operasi alat spektrometer gamma adalah tegangan detektor *HPGe* – 4000 V, *Coarse gain* 20, *fine gain* 1,87, *shapping time* 2 μs , jarak detektor dengan cuplikan 2,5 cm.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kalibrasi alat uji

Sebelum dilakukan pencacahan dengan spektrometer gamma (*accuSpec*), terlebih dahulu dilakukan kalibrasi energi pada PC-MCA *accuspec*. Kalibrasi energi dilakukan dengan tujuan agar dalam pencacahan cuplikan diperoleh hubungan antara nomor salur yang bersesuaian dengan energi. Dalam kalibrasi energi digunakan sumber standar pemancar gamma ^{60}Co dan ^{137}Cs , dengan mengikuti program (*software*) *grecal* yang ada pada *AccuSpec*, maka dapat ditentukan kalibrasi energi pada alat spektroskopi gamma (*AccuSpec*). Seperti yang ditampilkan pada Tabel 1.

Dengan fasilitas *software grecal* yang tersedia dalam *accuspec* akan didapatkan nilai *slope* = 1,00964 dan nilai *offset* = 156,7937, sehingga diperoleh persamaan regresi linear dalam kalibrasi energi adalah:

$$Y = 1,00964 X + 156,7937$$

dengan Y = energi gamma dan X = nomor salur

Kalibrasi efisiensi

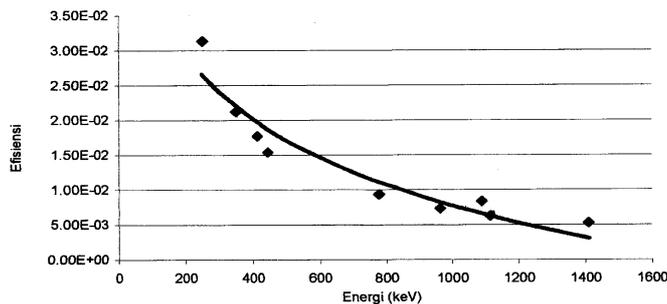
Kalibrasi efisiensi juga dilakukan dengan tujuan untuk mencari efisiensi deteksi dari detektor yang digunakan yaitu dengan membandingkan antara laju cacah yang diterima detektor dengan laju emisi dari sumber radiasi tertentu. Dalam kalibrasi ini digunakan sumber gamma standar ^{152}Eu dengan aktivitas $1,975 \cdot 10^5$ dps pada tanggal 15 Juni 1979. Data hasil pencacahan ^{152}Eu dan menurut Sunardi *et al.* [6] hasil kalibrasi disajikan dalam Tabel 2.

Tabel 1. Data kalibrasi energi dengan sumber gamma ^{137}Cs dan ^{60}Co

Sumber gamma standar	Energi gamma (keV)	Nomor salur
Cs-137	662	497
Co-60	1173	993
	1332	1146

Tabel 2. Data kalibrasi efisiensi deteksi

Energi (keV)	Cps	Dps	Yield	effisiensi (%)
250,244	116,7	$5,04 \cdot 10^4$	0,0738	$3,1 \cdot 10^{-2}$
347,206	303,2	$5,04 \cdot 10^4$	0,284	$2,12 \cdot 10^{-2}$
413,608	19,72	$5,04 \cdot 10^4$	0,0221	$1,77 \cdot 10^{-2}$
445,616	23,89	$5,04 \cdot 10^4$	0,0308	$1,54 \cdot 10^{-2}$
778,148	61,28	$5,04 \cdot 10^4$	0,13	$9,35 \cdot 10^{-3}$
963,421	53,62	$5,04 \cdot 10^4$	0,1448	$7,34 \cdot 10^{-3}$
1085,696	42,61	$5,04 \cdot 10^4$	0,1014	$8,33 \cdot 10^{-3}$
1111,942	42,85	$5,04 \cdot 10^4$	0,1355	$6,27 \cdot 10^{-3}$
1407,943	55,13	$5,04 \cdot 10^4$	0,207	$5,28 \cdot 10^{-3}$



Gambar 1. Kurva kalibrasi efisiensi

Data hasil perhitungan efisiensi, kemudian dengan program Excel dituangkan dalam grafik efisiensi lawan energi gamma (Gambar 1), sehingga diperoleh persamaan $Y = -0,0136 \ln(x) + 0,1014$.

Perhitungan fluks neutron generator neutron

Nilai fluks neutron dari generator neutron merupakan besaran pokok yang menentukan perhitungan hasil uji, oleh karena itu langkah awal yang diperlukan dalam analisis adalah menentukan kondisi optimum operasi generator neutron, adapun kondisi optimum generator neutron dicapai pada tegangan pemercepat 110 kV, tegangan pemfokus 12 - 14 kV, tegangan kuadropol 1 dan 2 masing-masing adalah 8 kV dan -8 kV, tegangan ekstraktor 7-8 kV, tingkat kehampaan minimum adalah 10^{-5} torr. Dengan menggunakan *activation foil copper* buatan San Carlos, USA dengan massa 0,5752 g, waktu iradiasi 30 menit, waktu tunda 588 detik, waktu pencacahan 2 menit, diperoleh jumlah cacah 2772 cps. Dengan data-data nuklir, kelimpahan isotop (a) = 100 %, waktu paro isotop = 9,45 menit, *Yield gamma* (Y) = 100 %, tampang lintang reaksi (σ) = 522 mbarn, maka nilai fluks neutron dari generator neutron dapat dihitung dengan persamaan (1) yang dapat diubah menjadi:

$$\phi = \frac{C.BA \ln 2}{mN_A a \sigma \varepsilon Y t_{1/2}} \cdot \frac{1}{(1 - e^{-\lambda.t_{1/2}})(e^{-\lambda.t_{1/2}})(1 - e^{-\lambda.tc})} \quad (6)$$

Dengan data yang ada diperoleh nilai fluks neutron saat dilakukan untuk aktivasi cuplikan adalah $5,47 \cdot 10^7$ neutron/cm².detik

Nilai batas deteksi

Untuk memperoleh data hasil uji pada analisis N, P, K, Si, Al, Cu, Fe dan Cd dalam contoh uji maupun standar yang memenuhi syarat, ada beberapa parameter yang perlu mendapatkan perhatian antara lain validasi metode uji, di antaranya adalah presisi, akurasi dan batas deteksi [6]. Pada penelitian terdahulu telah diperoleh nilai akurasi dan presisi dari metode yang telah digunakan untuk analisis. N, P, K, Si, Al, Cu, Fe dan Cd.

Tabel 3. Data hasil eksperimen berbagai unsur dengan aktivasi neutron cepat

No	Unsur	Berat cuplikan (g)	Laju cacah (cps)	
			Puncak photo	Latar
1	¹⁴ N Standar	0,5221	2755	113
	Cuplikan	0,1984	442	48
2	³¹ P Standar	0,5221	1985	108
	Cuplikan	0,1105	147	38
3	⁴¹ K Standar	0,5221	1145	143
	Cuplikan	0,1245	487	65
4	²⁸ Si Standar	1,0034	2752	176
	Cuplikan	0,1084	1898	131
5	²⁷ Al Standar	1,0673	3279	99
	Cuplikan	0,1008	269	48
6	⁵⁶ Fe Standar	0,9879	2306	101
	Cuplikan	0,1062	124	37
7	⁶³ Cu Standar	1,1027	3574	126
	Cuplikan	0,0392	396	63
8	¹¹² Cd Standar	1,2131	2311	126
	Cuplikan	0,1057	207	29

Tabel 4. Hasil perhitungan nilai batas deteksi sesuai persamaan (4) dan (5)

No	Unsur	Sensitivitas (cacah/g)	Batas deteksi* (ppm)	Batas deteksi** (g)
1	¹⁴ N	3361	2,44 ± 0,56	0,0086
2	³¹ P	3802	1,88 ± 0,09	0,0074
3	⁴¹ K	3151	2,15 ± 0,23	0,0128
4	²⁸ Si	3739	1,44 ± 0,13	0,0096
5	²⁷ Al	3072	1,26 ± 0,09	0,0088
6	⁵⁶ Fe	2834	1,35 ± 0,10	0,0095
7	⁶³ Cu	3564	1,05 ± 0,09	0,0084
8	¹¹² Cd	2081	2,99 ± 0,15	0,0152

Keterangan: * Kamioki [4]; ** Iyer [5]

Hasil eksperimen aktivasi neutron cepat menggunakan generator neutron terhadap cuplikan N, P, K, Si, Al, Cu, Fe dan Cd dan standar N, P, K, Si, Al, Cu, Fe dan Cd ditampilkan dalam Tabel 3.

Dari Tabel 4 diperoleh nilai batas deteksi menurut Kamioki (kolom 4) dan menurut Iyer (kolom 5). Terlihat bahwa nilai sensitivitas dan batas deteksi untuk unsur N, P, K, Si, Al, Cu, Fe dan Cd nilainya bervariasi, hal ini dipengaruhi oleh nilai tampang lintang reaksi dari unsur tersebut, karena nilai tampang lintang berpengaruh terhadap reaksi yang terjadi. Besar kecilnya nilai batas deteksi dan sensitivitas hasil uji dipengaruhi juga oleh jumlah fluks neutron yang dihasilkan generator neutron, efisiensi pencacahan, optimasi sistem instrumen yang digunakan. Untuk memperoleh nilai fluks yang tinggi dengan meningkatkan arus ion deuteron dan mempertahankan kestabilan arus ion pada sistem generator neutron, nilai ini dapat dicapai dengan mengoptimalkan parameter operasi generator neutron. Kondisi optimum operasi generator neutron adalah tegangan pemercepat 110 kV, tingkat kehampaan

minimum 10^{-5} torr, tegangan kuadropol 1 adalah 8 kV, tegangan kuadropol 2 adalah 8 kV, tegangan pemfokus antara 12 - 14 kV, tegangan pemfokus antar 7 - 8 kV, dalam Tabel 4 diperoleh nilai sensitivitas dan batas deteksi pada level fluks neutron $5,47 \cdot 10^7$ neutron/cm².detik

Efisiensi detektor juga berpengaruh terhadap nilai batas deteksi dan sensitivitas hasil uji, untuk memperoleh efisiensi yang baik, maka parameter spektrometri gamma perlu dikondisikan pada operasi optimum. Kenaikan efisiensi spektrometer gamma akan memperbaiki batas deteksi. Kondisi optimum sistem pencacah spektrometri gamma adalah pada *shaping time* 2 mikro detik, tegangan detektor – 4000 volt, jarak detektor dengan cuplikan adalah 2,5 cm [7]. Setiap unsur memiliki nilai batas deteksi dan sensitivitas yang berbeda-beda, semakin kecil nilai batas deteksi dan semakin besar cacah yang diperoleh pada contoh uji yang kecil berarti semakin baik atau semakin peka kualitas pengujian unsur dengan alat yang digunakan. Nilai batas deteksi dan sensitivitas dipengaruhi juga oleh bahan contoh uji yaitu nomor atom, waktu paro isotop dan kelimpahan isotop.

Besar kecilnya nilai batas deteksi dan sensitivitas dipengaruhi oleh kesalahan sistematis yaitu kesalahan yang ditimbulkan oleh adanya faktor tetap yang mengakibatkan data hasil uji cenderung lebih tinggi atau lebih rendah dari harga yang sesungguhnya [8]. Kesalahan sistematis merupakan simpangan yang sangat mungkin terjadi pada setiap proses uji. Berbagai sebab dapat mengakibatkan timbulnya kesalahan sistematis seperti kelemahan metode uji, kelemahan analisis, kerusakan instrumen dan bahan standar yang tidak mampu ditelusuri. Adanya kesalahan sistematis akan mempengaruhi akurasi data hasil uji [8].

Besar kecilnya nilai batas uji dipengaruhi oleh bahan uji seperti tampang lintang reaksi, waktu paro isotop yang terbentuk, kelimpahan (*abundance*), dipengaruhi juga adanya fluks neutron yang dihasilkan oleh generator neutron. Untuk meminimalkan fluktuasi fluks neutron dari generator neutron maka diusahakan kestabilan arus ion deuteron dengan mengoptimalkan parameter operasi generator neutron.

Dari hasil uji batas deteksi dan sensitivitas diperoleh nilai yang berbeda-beda untuk setiap unsur, hal ini dimungkinkan terkait dengan besar kecilnya nilai tampang lintang reaksi, yang akan mempengaruhi besar kecilnya cacah yang diperoleh dan hal ini akan berpengaruh terhadap nilai akurasi maupun presisi juga dipengaruhi oleh ketidakpastian nilai kalibrasi efisiensi deteksi untuk tiap-tiap energi tertentu.

Dengan diperoleh nilai batas deteksi dan sensitivitas hasil uji dengan generator neutron akan memberikan jaminan kepada konsumen jasa laboratorium, bahwa hasil uji yang dihasilkan mempunyai nilai batas deteksi dan sensitivitas seperti

dalam Tabel 4, sehingga data tersebut dapat sebagai pendukung akreditasi laboratorium AANC dengan menggunakan generator neutron

KESIMPULAN

Diperoleh data eksperimen nilai batas deteksi masing-masing unsur yaitu unsur ^{14}N adalah 2,44 ppm, unsur ^{31}P adalah 1,88 ppm, unsur ^{41}K adalah 2,15 ppm, unsur ^{28}Si adalah 1,44 ppm, unsur ^{27}Al adalah 1,26 ppm, unsur ^{56}Fe adalah 1,35 ppm, unsur ^{63}Cu adalah 1,05 ppm, unsur ^{112}Cd adalah 2,99 ppm.

Data yang diperoleh dari hasil eksperimen ini menunjukkan bahwa batas deteksi atau sensitivitas alat generator neutron sangat baik, sehingga dapat dipakai sebagai pendukung akreditasi laboratorium akselerator generator neutron untuk analisis unsur dengan metode AANC dan memberikan jaminan para peneliti dan pengguna, bahwa hasil uji yang dihasilkan mempunyai nilai batas deteksi yang baik dalam orde ppm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada Sdr. Suraji dan Sdr. Supriyanto yang telah membantu dalam aktivasi cuplikan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Anonim, 1991, *Pedoman 01-1991, Persyaratan Umum Kemampuan Laboratorium Kalibrasi dan Laboratorium Penguji*, BSN, Jakarta.
2. Nargolwalla, S.S, and Prsybylowicz, E.P, 1973, *Activation Analysis with Neutron Generators*, John Wiley and Sons, New York.
3. Csikai, J., 1987, *CRC. Handbook of Fast Neutron Generators, Vol 1*, CRC Press Inc., New York.
4. Kamioki H., 2004, *Joint Training Course on Application of Nuclear Technique in Industry and Environment Available for the Safety of Nuclear Facility*, Pusdiklat Batan, Jakarta.
5. Iyer, R.,K., 1983, *Evaluation of Analitical Data in Activation Analysis*, Bombay.
6. Sunardi, Samin, and Nuraini E., 2005, *Validasi Metode Analisis Aktivasi Neutron Cepat (AANC) untuk Unsur N, P, K, Si, Al, Cu, Cd, Fe Menggunakan Generator Neutron*, Prosiding PPI-PDIPTN, P3TM BATAN, Yogyakarta.
7. Pasikah, 1998, *Optimasi Parameter Spetroskopi Gamma dengan Detektor Germanium Kemurnian Tinggi HPGc*, Skripsi Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Riau, Pekanbaru.
8. Kukuh S., 1999, *Validasi Metode*, Buku Panduan Pelatihan Aessor, BSN, Jakarta.