

## VALIDASI ANALISIS Zr DAN Hf DALAM LEBURAN PASIR ZIRKON DENGAN METODA ANALISIS AKTIVASI NEUTRON

Sukirno, Sri Murniasih, Saefurrochman

Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan BATAN  
Jl. Babarsari, Kotak Pos 6101 ykbb, Yogyakarta 55281  
e-mail : sukirno@batan.go.id

### ABSTRAK

Salah satu metode analisis yang cukup realistis untuk kuantifikasi Zr dan Hf adalah analisis aktivasi neutron (AAN). Berkaitan dengan hal ini, telah dilakukan validasi hasil AAN untuk kandungan Zr dan Hf dalam leburan pasir zirkon. Iradiasi cuplikan dilakukan selama 12 jam dengan menggunakan fasilitas Lazy Susan dengan fluks neutron berkisar  $2.0 \times 10^{11} \text{ .n.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$ . Pengukuran kuantitatif unsur dilakukan dengan cara komparatif untuk menghindari kesalahan akibat parameter fluks neutron. Dari hasil analisis menggunakan spektrometri gamma dengan detektor Ge(Li) terdapat 3 puncak tenaga dari Hf-181 yaitu 133.05; 345.95 serta 482.16 keV dan 2 puncak tenaga dari Zr-95 yaitu 725.18 serta 756.72 keV. Hasil pengujian validasi menunjukkan bahwa unsur Hf dan Zr diterima dari kriteria uji akurasi dan presisi dengan persyaratan hitung dari IAEA. Nilai limit deteksi untuk unsur Hf dan Zr masing-masing adalah 0.760 mg/kg dan 9.154 mg/kg. Hasil konsentrasi HF dan Zr dalam pasir zirkon masing-masing adalah  $34.538 \pm 1.128 \%$  dan  $0.751 \pm 0.014 \%$

Kata kunci : AAN, Hf, limit deteksi, validasi, Zr

### ABSTRACT

VALIDATION OF Zr AND Hf ANALYSIS CONTENT IN ZIRCON SAND FUSION BY NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS METHOD. One of reliable analytical method that can be used to quantify Zr and Hf is the neutron activation analysis. Related to this problem, a result of NAA on Zr and Hf in zircon sand fusion has been validated. Irradiation of sample was carried out for twelve hours by using Lazy Susan facility with neutron flux of  $2.0 \times 10^{11} \text{ .n.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$ . Comparative mode of measurements was used for avoiding the effects of neutron flux parameters on the results. The result of analysis using gamma spectrometry with a Ge(Li) detector showed that there were 3 peaks energy of Hf-181 was 133.05; 345.95 and 482.16 keV and 2 peaks energy of Zr-95 was 725.18 and 756.72 keV which observed. The validation result showed that the Hf and Zr meet with the requirements of the IAEA calculation of accuracy and precision. The detection limits of Hf and Zr are 0.760 mg/kg and 9.154 mg/kg respectively. The analysis result of Hf and Zr concentration in zircon sand fusion were found  $34.538 \pm 1.128 \%$  and  $0.751 \pm 0.014 \%$

Keywords: detection limit, Hf, NAA, validation, Zr

## PENDAHULUAN

Validasi adalah konfirmasi bahwa suatu alat uji atau metoda uji memenuhi persyaratan yang ditentukan (sesuai tujuan tertentu) dengan cara menguji alat uji dan metoda uji dengan melengkapi bukti-bukti yang obyektif, sesuai dengan apa yang dikehendaki dalam penerapan metode tersebut (ISO/IEC 17025:2005). Penelitian validasi metoda analisis aktivasi neutron dilakukan untuk membuktikan bahwa prosedur analisis yang dilakukan sesuai dengan tujuan yang ingin dicapai, menjamin bahwa prosedur penetapan konsentrasi unsur dalam suatu cuplikan dapat dipercaya, dan menjamin keterulangan prosedur penetapan konsentrasi [1,2].

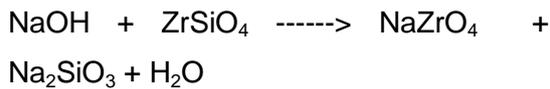
Dalam teknologi bahan bakar nuklir penggunaan senyawa zirkonium memegang peranan cukup penting. Zirkonium mempunyai sifat-sifat nuklir dan non nuklir yang sangat baik, sehingga zirkonium dipakai sebagai bahan kelongsong. tujuannya adalah agar tak terjadi kontak langsung antara bahan bakar dengan pendingin sehingga hasil fisi tidak tersebar keluar. Kelebihan zirkonium antara lain mempunyai tampang lintang serapan neutron termal rendah, ketahanan korosi yang baik serta mempunyai sifat mekanis yang relatif baik. Untuk dapat dipergunakan sebagai bahan strategis dalam industri nuklir, zirkonium diusahakan sudah bersih dari pengotoranya, terlebih lagi

terhadap unsur yang memiliki daya serap neutron tinggi, misalnya unsur hafnium (Hf).

Pasir zirkon ( $ZrSiO_4$ ) yang terdapat dalam jumlah banyak di Kalimantan Selatan sampai saat ini masih belum dimanfaatkan secara optimal. Namun potensi yang cukup besar ini belum disertai dengan pemanfaatan dan pengolahan yang optimal untuk menghasilkan produk yang mempunyai nilai tambah. Untuk mengkonversi pasir zirkon ( $ZrSiO_4$ ) menjadi zirkon oksida ( $ZrO_2$ ) berderajat nuklir (murni nuklir), maka salah satu persyaratan pokok adalah memisahkan kandungan hafnium dari zirkonoksida sehingga kandungannya maksimal 100 ppm. Permasalahannya adalah proses pemurniannya supaya Hf yang ada bersama Zr dapat dipisahkan sedemikian sehingga diperoleh dalam kondisi murni nuklir tersebut. Oleh sebab itu diperlukan dukungan metode analisis yang mampu menentukan kadar kemurnian hasil pemisahan tersebut.

Pada penelitian ini dilakukan analisis hasil peleburan pasir zirkon. Pasir zirkon direaksikan dengan NaOH padat akan menghasilkan senyawa silikat dan natrium zirkonat seperti reaksi yang ditunjukkan persamaan reaksi dibawah. Tujuan dan maksud peleburan ini adalah untuk membentuk senyawa silikat yang terpisah dari zirkonium pada proses berikutnya yaitu

proses pelindian air (H<sub>2</sub>O), sebelum proses pelindian dengan air, akan dilakukan analisis unsur-unsur terutama unsur Zr dan Hf dengan menggunakan analisis aktivasi neutron AAN. Selama peleburan terjadi reaksi sebagai berikut:



## TEORI

Validasi metoda dapat dilakukan dengan menerapkan beberapa perhitungan uji statistik antara lain *z score*, linearitas, uji presisi dan akurasi serta limit deteksi [3-5]. Untuk memperoleh data yang valid, maka aspek pengendalian mutu analisis harus diterapkan dalam setiap langkah pengujian.

Dalam suatu metoda, baik metoda pengujian yang baru maupun pengembangan sendiri sebagaimana dipersyaratkan dengan ISO 17025-2005, linieritas daerah pengukuran merupakan salah satu tahapan validasi yang selalu diterapkan bersama-sama dengan teknik validasi lainnya.

Limit deteksi adalah konsentrasi terendah dari unsur dalam contoh yang dapat terdeteksi, akan tetapi tidak perlu terkuantisasi, dibawah kondisi pengujian yang disepakati. Untuk memastikan bahwa cacahan area dari puncak yang akan dianalisis layak untuk dihitung perlu dilakukan pengecekan terhadap limit deteksi ( $L_D$ ) dengan tingkat kepercayaan

95 % menggunakan metoda Currie [6] dengan persamaan (1).

$$L_D = 2.71 + 3.39 \cdot \sqrt{B \left(1 + \frac{n}{2m}\right)} \quad (1)$$

Presisi adalah ukuran kedekatan antara hasil analisis individu dalam serangkaian pengukuran terhadap suatu contoh homogen dengan pengambilan contoh berganda menurut prosedur yang telah ditetapkan. Perhitungan uji presisi diperoleh melalui nilai ketidakpastian dengan kriteria penerimaan sesuai persamaan (2)

$$A_1 \leq A_2 \quad (2)$$

$$A_1 = \sqrt{\left(\left(\frac{U_{target}}{Nilai_{target}}\right)^2 + \left(\frac{U_{analisis}}{Nilai_{analisis}}\right)^2\right)} \times 100\%$$

$$A_2 = \sqrt{\left(\left(\frac{U_{target}}{Nilai_{target}}\right)^2 + (\sigma_H)^2\right)} \times 100\%$$

Pengujian akurasi dapat dilakukan dengan cara menganalisis bahan acuan, kemudian hasilnya dibandingkan dengan dengan nilai analit (unsur) sertifikat. Perbedaan memberikan penyimpangan dari metoda. Akurasi hasil pengujian baik (diterima) apabila penerimaan memenuhi persamaan (3)

$$B_1 \leq B_2 \quad (3)$$

$$B_1 = |Nilai_{target} - Nilai_{analisis}|$$

$$B_2 = 258 \times \sqrt{U_{target}^2 + U_{analisis}^2}$$

Perbedaan antara nilai target dengan nilai analisis dinyatakan dengan empat parameter [4,5,7].

1. Bias relatif (BS) antara nilai hasil analisis dengan nilai target yang dinyatakan dalam persamaan (4)

$$BR = \frac{\text{Nilai analisis} - \text{Nilai target}}{\text{Nilai target}} \times 100\% \quad (4)$$

2. Nilai Z-score, dihitung dengan persamaan (5)

$$Z_{score} = \frac{\text{Nilai analisis} - \text{Nilai target}}{\sigma} \quad (5)$$

$\sigma$  dengan nilai  $0,10 \times \text{Nilai target}$

3. Simpangan baku z ditentukan dengan persamaan (6)

$$Z = \frac{\text{Nilai analisis} - \text{Nilai target}}{\sqrt{U_{analisis}^2 + U_{target}^2}} \quad (6)$$

4. Nilai U-test terhitung berdasarkan persamaan (7)

$$u_{score} = \frac{|\text{Nilai analisis} - \text{Nilai target}|}{\sqrt{U_{analisis}^2 + U_{target}^2}} \quad (7)$$

## METODE

### Preparasi

1. Untuk keperluan validasi metoda bahan yang dipersiapkan seperti acuan standar CRM pasir Zirkon Kalimantan, dengan kandungan  $ZrO_2 = 52.889 \pm 0.069 \%$  dan  $HfO_2 = 0.901 \pm 0.008 \%$ ; CRM  $ZrO_2$  dengan kandungan  $ZrO_2 = 97.7334 \pm 0.0016 \%$  dan  $HfO_2 = 1.7329 \pm 0.0024 \%$  serta bahan cuplikan pasir zirkon yang telah dihaluskan dan homogen.
2. Dilakukan penimbangan bahan tersebut masing-masing 100 mg dengan timbangan analitik yang

terkalibrasi dan langsung di masukkan ke dalam vial bersih. Disiapkan kelongsong iradiasi kemudian dimasukkan cuplikan yang telah ditimbang yaitu cuplikan pasir zirkon, leburan pasir zirkon, blanko dan standar sekunder serta CRM.

3. Bahan acuan yang diencerkan dengan menggunakan selulosa untuk berbagai konsentrasi ada 5 variabel dan blanko berisi selulosa masing-masing 100 mg dimasukkan ke dalam vial polietilen.

### Iradiasi

1. Bahan acuan CRM, sampel pasir zirkon, leburan pasir zirkon dalam vial yang telah ditimbang dan vial kosong (blanko), dan bahan acuan berbagai konsentrasi dan blanko bersama-sama di masukan dalam kelongsong iradiasi, masing-masing ada 5 kelongsong.
2. Iradiasi dilakukan dalam fasilitas sistem *rabbit Lazy Susan*, reaktor nuklir Kartini Jogjakarta. Waktu iradiasi dilakukan 12 jam dengan fluks neutron bekisar  $2.10^{11} n.cm^{-1}.s^{-1}$ . Setelah proses iradiasi neutron selesai cuplikan didinginkan (*cooling*) selama satu bulan untuk persiapan pencacahan.

### Pencacahan

Setelah pendinginan 30 hari pencacahan dilakukan untuk mengidentifikasi radionuklida Hf-181 pada energi puncak 133.05; 345.95 dan

482.16 keV dan 2 energi puncak dari Zr-95 adalah 725.18 and 756.72 keV. Lama pencacahan dilakukan selama 300 detik dan 600 detik sedangkan pencacahan blanko dilakukan 4000 dan 10800 detik menggunakan spektrometer gamma yang digunakan menggunakan detektor Ge(Li) ) ORTEC, MCA Spektrum Master ORTEC 92X, dengan software Maestro.

#### Analisis Data

Hasil analisis kuantitatif dengan berbagai variabel konsentrasi digunakan untuk menentukan linieritas, sedangkan hasil kuantitatif CRM dan sampel untuk menentukan konsentrasi Hf dan Zr dalam cuplikan. Kemudian dilakukan pengujian tingkat limit deteksi dan tingkat presisi serta akurasi menggunakan persamaan (1), (2) dan (3). Dilakukan juga untuk perhitungan bias relatif, nilai Z-score, RSD (simpangan baku relatif) dan uji-U masing-masing dengan menggunakan persamaan (4-7).

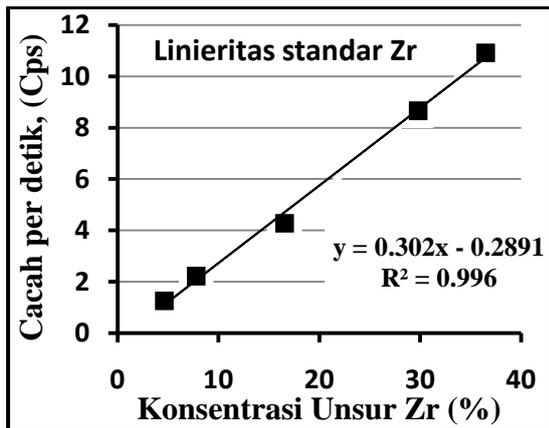
Pengujian dan menentukan konsentrasi Hf (hafnium) dan Zr (zirkonium) dalam cuplikan telah dilakukan seperti penulis sebelumnya [8].

#### HASIL DAN PEMBAHASAN.

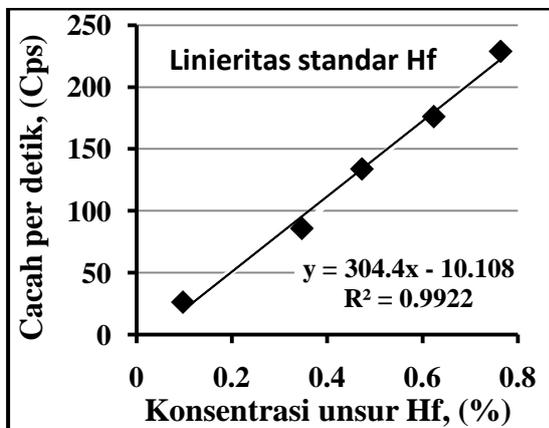
Gambar 1 dan 2, merupakan hubungan yang sangat erat garis linier antara konsentrasi suatu Hf dan Zr terhadap tinggi cps (cacah per detik)

untuk tingkatan konsentrasi terukur. Nilai cps semakin besar, maka kesalahan pencacahan semakin kecil. Nilai cacah ini dipengaruhi oleh jarak sampel dari permukaan detektor dan konsentrasi unsur tersebut dalam sampel dan waktu tunda paska iradiasi. Pengukuran sampel dilakukan pada jarak 10 cm dari permukaan detektor dengan *dead time* pencacahan di bawah 5 %. Hal ini menunjukkan detektor beroperasi cukup baik. Gambar 1 terlihat persamaan garis linier untuk unsur Zr adalah  $y = 0.302x - 0.289$  dengan  $R^2$  sebesar 0.996, sedang unsur Hf adalah  $y = 304.4 - 10.10$  dengan  $R^2 = 0.992$ .

Nilai koefisien korelasi dapat dilaporkan untuk  $R^2$  yang mempunyai harga antara 0 dan 1.  $R^2 = 0$  berarti tidak ada hubungan antara aktivitas dan parameter yang dipilih dalam studi ini.  $R^2 = 1$  berarti mempunyai hubungan yang sangat erat. Harga tinggi untuk  $R^2$  menunjukkan bahwa hubungan antara variabel sangat dekat. Nilai  $R^2$  diatas 0,90 maka hubungan antara variabel cacah per detik dengan konsentrasi Zr maupun unsur Hf sangat erat atau kuat. Linieritas untuk Zr dan Hf pada percobaan ini menunjukkan hasil yang baik untuk salah satu tahapan pengujian validasi, sebagaimana dipersyaratkan dengan ISO 17025-2005 bagi metoda pengujian.



Gambar 1. Kurva linieritas standar Zr.



Gambar 2. Kurva linieritas standar Hf.

Limit deteksi ditentukan berdasarkan blanko (*background*) yang mengalami proses iradiasi dalam reaktor, ada unsur dalam blanko dapat ditimbulkan oleh kontaminasi unsur, vial yang digunakan mengandung unsur yang dianalisis, gangguan elektronik dan efek Compton. Nilai cacah blanko pada daerah yang berkaitan dengan energi radiasi sinar gamma dari radionuklida berdasarkan spektrum yang ditimbulkan. Pada Tabel 1 ditunjukkan hasil pengukuran limit deteksi untuk unsur Hf dan Zr menggunakan metoda

Currie [6]. Hasil pencacahan area dari spektrum blanko yang teranalisis dengan waktu cacah tertentu akan menghasilkan cacah per detik (cps). Untuk pengecekan terhadap limit deteksi ( $L_D$ ) dengan tingkat kepercayaan 95 %, hasil pencacahan blanko dibandingkan dengan cps standar.

Limit deteksi untuk unsur Hf dengan menggunakan standar dengan konsentrasi 0,7637 % menghasilkan cps dengan nilai 226,466 sedangkan limit deteksi ( $L_D$ ) menghasilkan hasil nilai cps 0.02254. Dari perbandingan ini didapat nilai rata-rata limit deteksi ( $L_D$ ) 0,000101 %. Untuk unsur Zr menggunakan konsentrasi standar 39.1541 % dengan nilai cps 10.433 dan rerata cps limit deteksi ( $L_D$ ) adalah 0.00026 menghasilkan nilai rata-rata limit deteksi sebesar 0,0009154 %. Hasil dalam satuan prosentasi (%) hasil deteksi tersebut merupakan perbandingan standar memakai satuan %, sehingga satuan deteksi menggunakan satuan yang sama. Untuk satuan ini dalam juga dirubah menjadi mg/kg, dimana dalam 1 % sama dengan 10000 mg/kg [10], sehingga limit deteksi ( $L_D$ ) 0.0000760 % untuk unsur Hf menjadi 0.760 mg/kg sedangkan untuk unsur Zr limit deteksi ( $L_D$ ) sebesar 0.0009154 %, dapat dirubah menjadi 9.154 mg/kg.

Tabel 1. Hasil pengukuran limit deteksi untuk unsur Hf dan Zr

Unsur Hf (hafnium)				Unsur Zr (zirkonium)			
Limit deteksi Cps	Standar cps	Kadar, % Standar	L <sub>D</sub> , %	Limit deteksi Cps	Standar cps	Kadar, % Standar	L <sub>D</sub> , %
0.02805	226.466	0.7637	0.0000945	0.000209	10.433	39.1541	0.0007309
0.02003	226.466	0.7637	0.0000675	0.000261	10.433	39.1541	0.0009128
0.02171	226.466	0.7637	0.0000732	0.000274	10.433	39.1541	0.0009583
0.02038	226.466	0.7637	0.0000687	0.000303	10.433	39.1541	0.0010597
Rerata limit deteksi (L <sub>D</sub> ) Hf			0.0000760	Rerata limit deteksi (L <sub>D</sub> ) Zr			0.0009154

Pada Tabel 2 merupakan data hasil rata-rata uji statistik untuk penentuan konsentrasi perbandingan nilai hasil percobaan (analisis) dengan nilai acuan unsur Hf dan Zr dengan menggunakan standar primer CRM pasir zirkon terhadap nilai sertifikat, dan data hasil rata-rata bias relatif (dalam %), *Z-score test* serta *U-score test*. Hasil perhitungan bias relatif, *Z-score test* dan *U-score test*, untuk unsur Hf lebih kecil dibandingkan dengan unsur Zr. Hal ini dapat disebabkan karena dalam metoda analisis aktivasi neutron salah satu yang berpengaruh adalah tampang lintang (*cross section*) hasil akhir kuantitas unsur pada aktivasi neutron. Dimana tampang lintang Hf-181 (126.6 barn) lebih besar dari pada tampang lintang Zr-95 (56 mbarn) [9], semakin besar tampang lintang maka neutron yang tereserap semakin banyak, sehingga hasil aktivasi neutron semakin baik dan

menghasil kuantitas unsur pada pengujian bias relatif, *Z-score test* dan *U-score test*, semakin kecil.

Nilai bias relatif (BR) dengan menggunakan persamaan (4) menghasilkan lebih kecil 10 % (BR < 10 %), hasil analisis dan pengukuran unsur menunjukkan cukup baik untuk metoda analisis aktivasi neutron (AAN). Uji *Z-score test* digunakan untuk menentukan apakah hasil analisis berbeda nyata dengan nilai yang sebenarnya dalam selang tingkat kepercayaan 95 % menggunakan persamaan (4) menggunakan standar deviasi IAEA [7]. Nilai *Z-score test* yang disajikan pada Tabel 2 untuk unsur Hf adalah 0,062 dan unsur Zr adalah 0.443, nilai ini lebih kecil dari 2.0. Hal ini berarti hasil perhitungan statistik cukup memuaskan, sedangkan nilai tercapai diatas 2.0 hasilnya diragukan.

Nilai uji *U-score test* dari hasil perhitungan dengan menggunakan persamaan (7) dengan hasil nilai uji untuk unsur Hf = 0.416 dan unsur Zr = 1.229. Nilai uji *U-score test* ini lebih kecil dari pada 1.64 atau kreteria  $U < 1.64$  hal

ini bila dilihat dalam tabel kritikal t-statistik [5] statusnya hasil analisis yang dilaporkan tidak berbeda secara signifikan dari nilai yang tercantum dalam sertifikat dengan tingkat kepercayaan 95 %.

Tabel 2. Data uji statistik untuk penentuan konsentrasi unsur Hf dan Zr dengan menggunakan standar primer CRM pasir zirkon terhadap nilai sertifikat. 2.771

Unsur	Sertifikat (%)		Analisis (%)		Bias Relatif (%)	Z-score	U-score
	Nilai	Unc	Nilai	Unc			
Hf	0.7637	0.0068	0.7684	0.0090	1.1979	0.062	0.416
Zr	39.1541	0.0476	38.069	0.4488	2.771	0.433	1.229

Validasi tergantung pada penentuan kriteria nilai presisi dan akurasi yang memenuhi syarat persamaan (2) dan (3) yang digunakan. Pada penelitian ini kriteria nilai presisi mempunyai kriteria lulus karena nilai  $A1 < A2$ , dan begitu juga nilai akurasi mempunyai kriteria lulus karena nilai  $B1 < B2$ , dan disajikan pada Tabel 3. Dengan demikian akurasi dan presisi mempunyai predikat kriteria lulus yang dipersyaratkan maka status akhir

diterima. Dengan diterimanya hasil akurasi dan presisi untuk metoda analisis aktivasi neutron cukup valid dan memuaskan untuk menentukan unsur Hf dan Zr dalam pasir zirkon maupun leburan pasir zirkon. Dihubungkan dengan hasil uji secara keseluruhan, hasil validasi data yang dimiliki Zr dan Hf ini mempunyai data yang baik (menurut hasil bias relatif (BR), uji *U-score*, dan uji *Z-score*) semua memenuhi batas toleransi dibawah yang dipersyaratkan.

Tabel 3. Hasil uji akurasi dan presisi konsentrasi menggunakan standar primer CRM pasir zirkon terhadap nilai sertifikat

Unsur	Presisi		Status	Akurasi		Status	Status akhir
	A1	A2		B1	B2		
Hf	0.0047	0.3243	$A1 < A2$ , lulus	1.473	7.688	$B1 < B2$ , lulus	Diterima
Zr	1.5801	2.9779	$A1 < A2$ , lulus	3.377	364.89	$B1 < B2$ , lulus	Diterima

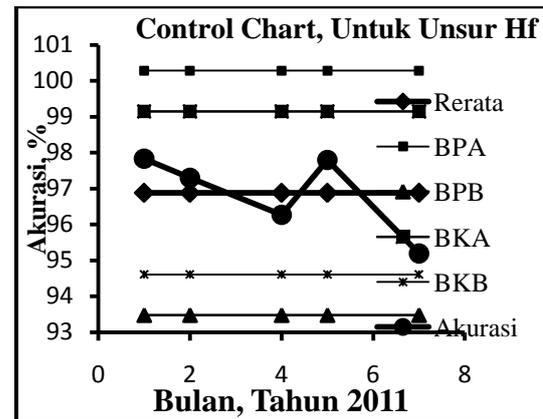
Tabel 4 merupakan hasil uji unsur Zr dan Hf didalam pasir zirkon dan leburan pasir sirkon. Pasir sirkon sebelum dilebur dengan NaOH mempunyai konsentrasi rata-rata 34.538 % dan setelah dilebur konsentrasinya menjadi 21.289 %, sedangkan unsur Hf dalam pasir zirkon dengan konsentrasi 0.751 % setelah

dilakukan peleburan konsentrasinya menjadi 0.413 %. Unsur Zr merupakan unsur mayor dan unsur Hf merupakan unsur minor sehingga satuan dalam hal ini adalah prosentase (%) [10]. Dilihat dari hasil validasi diatas maka hasil analisis unsur Hf dan Zr cukup baik dan dapat diandalkan.

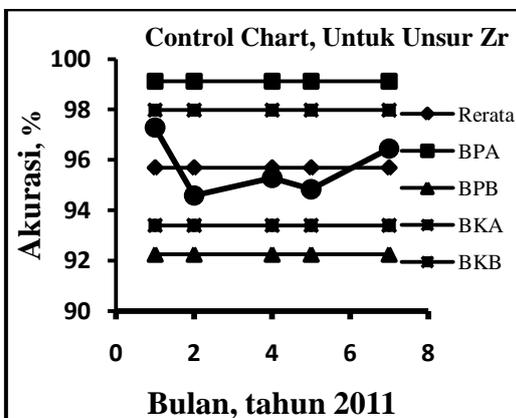
Tabel 4. Konsentrasi Zr dan Hf dalam pasir zirkon dan setelah dilebur

	Pasir Zirkon (%)		Leburan Pasir Zirkon (%)	
	Zr	Hf	Zr	Hf
Rerata	34.538	0.751	21.289	0.413
SD	1.128	0.014	1.175	0.033

Gambar 3 dan 4 merupakan *control chart* untuk akurasi unsur Zr dan Hf diukur pada bulan 1,2, 4, 5 dan bulan 7 tahun 2011. Terlihat bahwa kurva *control chart* akurasi rerata untuk kedua unsur masih didalam batas kontrol atas (BKA) dan dalam ambang batas peringatan atas (BPA) dan begitu juga untuk batas kontrol bawah (BKB) dan batas peringatan bawah (BPB).

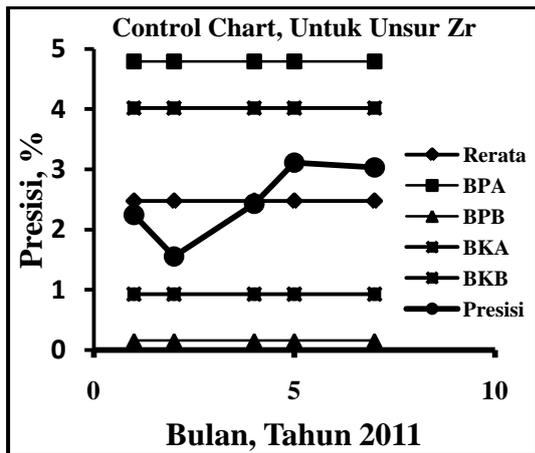


Gambar 4. *Control chart* akurasi Hf.

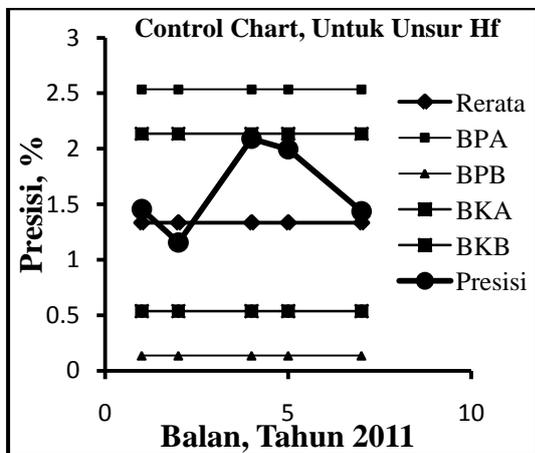


Gambar 3. *Control chart* akurasi Zr.

Gambar 5 dan 6 merupakan *control chart* untuk presisi unsur Zr dan Hf diukur pada bulan yang sama dengan penentuan akurasi. Keadaan *control chart* keadaannya hampir mirip dengan *control chart* kurva akurasi, untuk unsur Zr maupun Hf kondisinya normal.



Gambar 5. Control chart akurasi Zr.



Gambar 6. Control chart akurasi Hf.

## KESIMPULAN

- Validasi yang dilakukan untuk metoda AAN untuk unsur Hf dan Zr dalam acuan standar CRM PTAPB Pasir Zirkon Kalimantan: Linieritas untuk Zr dan Hf mempunyai nilai  $R^2 > 0.90$  maka hubungan antara variabel cacah per detik (cps) dengan konsentrasi sangat erat. Nilai bias relatif (BR) lebih kecil 5 % ( $BR < 5\%$ ), sehingga hasil analisis dan pengukuran unsur menunjukkan cukup baik. Nilai *Z-score test* untuk unsur Hf adalah 0.062 dan unsur Zr

adalah 0.443, nilai ini lebih kecil dari 2.0 (*Z-score test*  $< 2.0$ ). Hal ini berarti hasil perhitungan statistik cukup memuaskan. Nilai *U-score test* unsur Hf = 0.416 dan unsur Zr = 1.229, nilai uji *U-score test* ini lebih kecil dari 1.64 (kriteria  $U < 1.64$ ). Dari tabel kritikal t-statistik, status hasil analisis yang dilaporkan tidak berbeda secara signifikan. Validasi tergantung pada penentuan kriteria nilai presisi dan akurasi yang memenuhi syarat. Hasil akurasi dan presisi untuk metoda analisis aktivasi neutron cukup valid dan memuaskan untuk menentukan unsur Hf dan Zr dalam pasir zirkon maupun leburan pasir zirkon.

- Hasil uji unsur Zr dan Hf didalam pasir zirkon masing-masing 34.538 % dan 0.751 % dan setelah dilebur dengan NaOH mempunyai konsentrasi rata-rata Zr = 21.289 %, dan Hf = 0.413 %.

## DAFTAR PUSTAKA

- H.Anwar. Pemahaman dan penerapan ISO/IEC 17025: 2005. Persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi. PT Granmedia Pustaka Utama, Jakarta 2007

- 
2. BSN. 2005. *Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian Kalibrasi*, ISO/IEC 17025, edisi kedua, Jakarta.
  3. IAEA. 2003. Analytical Quality Control Services. Summary Report of the Proficiency Test for The Project Ras/2/020. Quality Assurance Techniques. IAEA, Austria.
  4. B.C MENEZES.M.A.and JACIMOVIC. 2008. Validation of The Ko IAEA Software Using SMELS Material at CDTN/CNEN, Brazil. *Jurnal of Radioanalytical and Chemistry*, Vol 728, No 3 (2008) 607-661. Budapest
  5. SUTISNA. 2007. Akurasi dan Presisi Metoda ko-AANI. Pelatihan Validasi Metoda ko-AANI Pusdiklat Batan, Jakarta.
  6. PUSDIKLAT BATAN. 2011 "Pelatihan petugas Analisis Aktivasi neutron" Jakarta.
  7. IAEA. 2010. IAEA-CU-2010-02 World wide proficiency test on the determination of selected elements in sewage sludge. Seibersdorf Austria.
  8. SUKIRNO, SRI MURNIASIH. 2010 'Validasi Metoda AAN untuk Pengujian Uranium dan Torium dalam Pasir Zirkon. Prosiding', Seminar Nasional AAN 2010. Serpong.
  9. E Gerhard and S.Wemer. 1976. The Gamma Rays of the Radionuclides. New York.
  10. National Institute of Standard & Technology. 2000 Report of Investigation, Reference Material 8704. Buffalo River Sediment. Gaithersburg.