

EVALUASI UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM AAN UNTUK MENENTUKAN KANDUNGAN UNSUR DALAM SAMPEL LINGKUNGAN

Sri Murniasih, Sukirno, Agus Taftazani

Pusat Sains dan Teknologi Akselerator – BATAN

Jl. Babarsari No. 21 PO Box 6101 ykbb Yogyakarta 55281

smurni83@gmail.com

ABSTRAK

EVALUASI UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM AAN UNTUK MENENTUKAN KANDUNGAN UNSUR DALAM SAMPEL LINGKUNGAN. Program uji banding antar laboratorium adalah program penting yang perlu dilakukan untuk meningkatkan akurasi dan presisi suatu metode analisis. Program uji banding antar laboratorium AAN diselenggarakan oleh FAANI – BATAN sangat bermanfaat untuk meningkatkan kualitas suatu laboratorium pengujian. Evaluasi hasil uji banding laboratorium AAN – PSTA pada analisis sampel sedimen menunjukkan bahwa berdasarkan pengujian bias relatif, rasio, μ_{test} dan Z_{score} semua unsur yang ditargetkan dapat terdeteksi dengan sempurna dengan tingkat keberterimaan 100% sedangkan berdasarkan perhitungan IAEA ada tiga unsur yang dinyatakan tidak diterima yang disebabkan oleh besarnya ketidakpastian pengukuran. Evaluasi hasil uji banding pada analisis sampel kandidat CRM menunjukkan bahwa dari 16 unsur yang dilaporkan, hanya 8 unsur memberikan hasil yang sangat memuaskan. Penggunaan SRM yang kurang tepat dapat mempengaruhi hasil analisis.

Kata Kunci : uji banding, sampel lingkungan, kandidat CRM, AAN

ABSTRACT

EVALUATION FOR INTER-LABORATORY COMPARISON OF NAA TO DETERMINE CONTENT ELEMENTS IN ENVIROMENTAL SAMPLE. Inter-laboratory comparison is an important program that necessary to improve the accuracy and precision of an analytical method. Inter-laboratory NAA comparison program organized by INAAF - NNEA very useful to improve the quality of laboratory testing. NAA - CAST laboratory results evaluation of inter-laboratory analysis test for analysis of sediment samples showed that by testing the relative bias, ratio, μ_{test} and Z-score, which all elements requested can be detected perfectly with the acceptance level of 100%, while based on the IAEA calculations know that three elements are otherwise not accepted caused by large of uncertainty measurement. Therefore, the evaluation of uncertainty measurement for each element required so that the results can be better expressed both with valid and accurate testing by Z-score and IAEA. Evaluation of the results of inter-laboratory comparison for CRM candidate samples analysis showed that from 16 elements were reported only 8 elements give excellent results. The use of SRM is less suited can affect the results of analysis.

Keywords : inter-laboratory comparison, environmental sample, CRM candidate, NAA

PENDAHULUAN

Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) mempunyai beberapa laboratorium Analisis Aktivasi Neutron (AAN) yang tersebar di 7 unit kerja yaitu PSTNT, PSTA, PSTBM, Pusdiklat, PTKMR, PAIR dan STTN. Dalam rangka meningkatkan dan mempertahankan kualitas mutu hasil pengujian, maka Forum Analisis Aktivasi Neutron Indonesia (FAANI) BATAN mengadakan uji banding antar laboratorium AAN. Uji banding antar laboratorium AAN yang ada di lingkungan BATAN meliputi pengujian kimia yaitu penentuan konsentrasi unsur-unsur yang terkandung pada sampel. Program uji banding yang diselenggarakan oleh FAANI bertujuan untuk meningkatkan kemampuan laboratorium AAN

dalam analisis unsur, meningkatkan kemampuan laboratorium dalam menyelenggarakan uji banding, mengetahui unjuk kerja metode AAN yang dikembangkannya sesuai persyaratan SNI ISO/IEC 17025:2008 atau SB 77-00033-80-2007 serta meningkatkan kerja sama diantara laboratorium AAN^[1]. Uji banding yang dilaksanakan pada tahun 2013 tidak hanya diikuti oleh 7 laboratorium AAN di BATAN tetapi juga diikuti oleh 3 laboratorium AAN dari luar BATAN yaitu ANSTO Australia, KAERI Korea dan CAEA Cina.

Metode AAN merupakan metode analisis nuklir yang populer dan serbaguna, yang banyak digunakan terutama untuk analisis unsur kelumit secara serempak. Sampel lingkungan merupakan

sampel yang banyak digunakan dan dianalisis di banyak laboratorium sehingga pada uji banding pada tahun 2013, FAANI ingin mempertajam kehandalan semua laboratorium AAN untuk dapat menganalisis kandungan unsur-unsur dalam sampel lingkungan serta menguji kemampuan analisis dibandingkan dengan laboratorium AAN luar negeri.

Laboratorium AAN Pusat Sains dan Teknologi Akselerator (PSTA) merupakan salah satu laboratorium pengujian yang telah diakui oleh Komite Akreditasi Nasional (KAN) dan Komisi Nasional Akreditasi Pranata Penelitian dan Pengembangan (KNAPPP) serta merupakan anggota FAANI, sehingga sudah sewajarnya laboratorium AAN – PSTA mengikuti uji banding untuk meningkatkan kemampuannya serta melaksanakan pengujian sesuai yang dipersyaratkan dalam SNI ISO/IEC 17025:2008. Pada makalah ini akan dibahas evaluasi hasil uji banding analisis beberapa unsur dalam sampel lingkungan berupa sampel sedimen dan kandidat *Certificated Reference Material* (CRM) guna peningkatan kemampuan dan keakuratan hasil yang dikeluarkan oleh laboratorium AAN – PSTA.

TEORI

Kriteria evaluasi data hasil analisis menggunakan μ_{test} dan Z_{score} . Uji statistik μ_{test} yang digunakan berdasarkan IAEA antara lain adalah bias relatif, μ_{test} , akurasi dan presisi yang dinyatakan dalam persamaan 1-8 [1].

$$\text{bias relatif} = \frac{\text{nilai}_{\text{analisis}} - \text{nilai}_{\text{sertifikat}}}{\text{nilai}_{\text{sertifikat}}} \times 100\% \quad (1)$$

$$\text{rasio} = \frac{\text{nilai}_{\text{analisis}}}{\text{nilai}_{\text{sertifikat}}} \quad (2)$$

$$\mu_{test} = \frac{|\text{nilai}_{\text{sertifikat}} - \text{nilai}_{\text{analisis}}|}{\sqrt{\text{unc}_{\text{sertifikat}}^2 + \text{unc}_{\text{analisis}}^2}} \quad (3)$$

$$Z_{score} = \frac{\text{nilai}_{\text{sertifikat}} - \text{nilai}_{\text{analisis}}}{\text{simpangan baku target}} \quad (4)$$

Akurasi hasil pengujian dinyatakan lulus bila $A \leq B$, dimana

$$A = |\text{nilai}_{\text{sertifikat}} - \text{nilai}_{\text{analisis}}| \quad (5)$$

$$B = 195 \times \sqrt{\text{unc}_{\text{sertifikat}}^2 + \text{unc}_{\text{analisis}}^2} \quad (6)$$

Presisi hasil pengujian dinyatakan lulus bila $C \leq D$, dimana

$$C = \sqrt{\left[\left(\frac{\text{unc}_{\text{sertifikat}}}{\text{nilai}_{\text{sertifikat}}} \right)^2 + \left(\frac{\text{unc}_{\text{analisis}}}{\text{nilai}_{\text{analisis}}} \right)^2 \right]} \times 100\% \quad (7)$$

$$D = \sqrt{\left[\left(\frac{\text{unc}_{\text{sertifikat}}}{\text{nilai}_{\text{sertifikat}}} \right)^2 + (0,02 \times c^{0,8495})^2 \right]} \times 100\% \quad (8)$$

Hasil pengujian dinyatakan diterima jika parameter akurasi dan presisi, kedua-duanya lulus.

TATA KERJA

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada pekerjaan ini diantaranya fasilitas iradiasi reaktor Kartini dengan daya 100 kW yang dilengkapi fasilitas pneumatik untuk iradiasi pendek serta Lazy Susan untuk iradiasi sedang dan panjang, spektrometer gamma yang dilengkapi dengan detektor HPGe, *Multi Channel Analyzer* (MCA) 4K ORTEC dan software Genie 2000, timbangan semimikro Sartorius digital, vial polietilen 0,3 mL, kelongsong HDPE-C20, desikator vacuum, plastik klip, peralatan gelas dan *shielding* Pb. Bahan yang digunakan pada pekerjaan ini adalah satu sampel lingkungan dan satu kandidat CRM yang diperoleh dari FAANI, masing-masing berupa sampel serbuk sedimen lolos 200 mesh dan dimasukkan dalam botol polietilen 50 mL sebanyak 2 gram, NIST 2074 *Buffalo River Sediment*, NIST 2702 *Inorganics in Marine Sediment* serta larutan standar berbagai unsur dari Merck.

Preparasi sampel

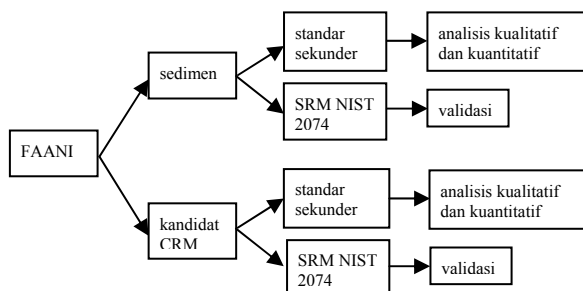
Sampel yang diterima dimasukkan dalam desikator vacuum untuk menghilangkan kandungan kadar air sampai diperoleh berat konstan. Sampel ditimbang menggunakan timbangan semimikro lima digit seberat 100 mg dimasukkan dalam vial polietilen 0,3 mL untuk analisis unsur umur pendek, sedang dan panjang, masing-masing 3 kali pengulangan. Larutan standar campuran kering yang dibuat dari larutan standar Merck dengan kemurnian tinggi disiapkan sebagai standar dalam analisis kuantitatif. Untuk validasi hasil analisis digunakan *standard reference material* NIST 2074 *Buffalo River Sediment* dan NIST 2702 *Inorganics in Marine Sediment*. Vial polietilen 0,3 mL kosong digunakan sebagai blanko. Sampel, standar, SRM dan blanko disusun sedemikian rupa dalam kelongsong agar memperoleh paparan neutron dan fluks yang sama selama proses iradiasi dalam reaktor.

Tata Cara Kerja

Sampel yang telah tersusun dalam kelongsong iradiasi dikirim ke bidang reaktor PSTA untuk diiradiasi. Waktu yang dibutuhkan untuk iradiasi sampel umur pendek adalah 3 menit, umur sedang 6 jam dan umur panjang 2×6 jam. Iradiasi sampel, standar, blanko dan SRM dilakukan secara bersamaan pada geometri yang sama. Pasca iradiasi sampel didinginkan selama 8 menit untuk umur pendek, 2 hari untuk umur sedang dan 10 hari untuk umur panjang. Setelah melewati waktu pendinginan sampel diukur menggunakan spektrometer gamma

yang dilengkapi detektor HPGe dengan resolusi 1,89 keV pada tenaga ^{60}Co 1332 keV dan efisiensi 35%.

Analisis kualitatif dilakukan dengan membandingkan energi gamma karakteristik yang terdapat pada spektrum hasil pengukuran sampel dengan database yang tersedia. Analisis kuantitatif dilakukan dengan metode komparatif yaitu membandingkan luasan puncak spektrum antara sampel dan standar. Pada Gambar 1 disajikan alur kegiatan analisis sampel uji banding yang diselenggarakan oleh FAANI.



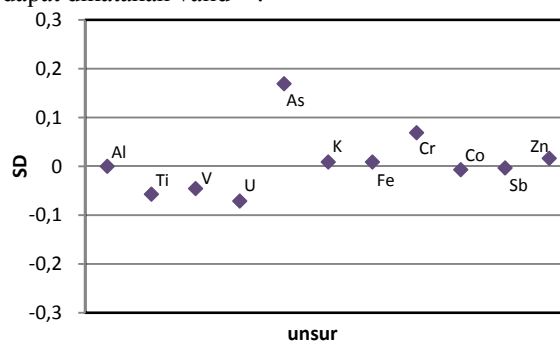
Gambar 1. Diagram alir kegiatan analisis sampel uji banding

HASIL DAN PEMBAHASAN

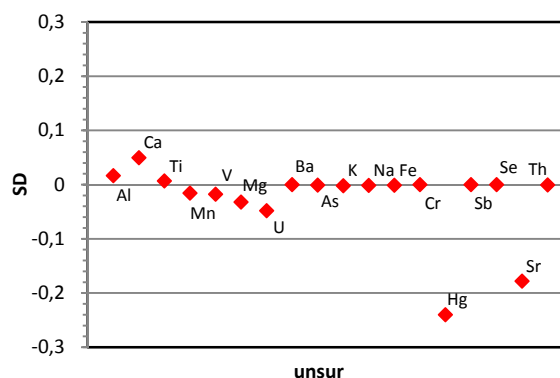
Sampel yang diperoleh dari FAANI dilakukan pengukuran awal menggunakan XRF guna mengetahui kisaran konsentrasi unsur yang akan dianalisis dan memilih SRM yang akan digunakan. Semua unsur yang akan dianalisis ditentukan waktu optimal iradiasi, pendinginan dan pengukuran. Iradiasi dilakukan selama 3 menit dan pendinginan 8 menit untuk menentukan isotop ^{28}Al , ^{51}Ti , ^{238}U , ^{52}V dan ^{49}Ca . Iradiasi 6 jam dengan waktu pendinginan 2 hari untuk penentuan isotop ^{76}As , ^{122}Sb dan ^{42}K sedangkan iradiasi 2×6 jam dengan waktu iradiasi 10 hari untuk penentuan isotop ^{51}Cr , ^{60}Co , ^{59}Fe , ^{233}Th , ^{85}Sr , ^{203}Hg , ^{75}Se dan ^{65}Zn .

Guna mengoptimalkan hasil analisis yang diperoleh, dalam menentukan bias relatif dan nilai benar serta memvalidasi metode maka digunakan SRM terpilih. Dipilih SRM NIST 2074 karena mempunyai matriks yang sama dengan sampel. Hasil pengukuran NIST 2074 dibandingkan dengan nilai sertifikat untuk mengetahui standar deviasi pengukuran dengan tingkat kepercayaan 95%. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan antara hasil pengukuran dengan nilai sertifikat. Pada Gambar 2 disajikan data pengukuran dikurangi dengan nilai sertifikat NIST 2074 dan dibagi nilai sertifikat yang disebut standar deviasi (SD), sedangkan Gambar 3 menyajikan data pengukuran NIST 2702. Pada Gambar 2 diketahui bahwa data pengukuran semua unsur yang diperoleh mendekati nilai yang tercantum dalam sertifikat

dengan nilai ± 1 SD, kecuali unsur As yang mempunyai nilai lebih dari ± 1 SD akan tetapi masih dibawah ± 2 SD sehingga data yang diperoleh masih dapat dikatakan valid [2].



Gambar 2. Control cart pengukuran NIST 2074 menggunakan metode AAN



Gambar 3. Control cart pengukuran NIST 2702 menggunakan metode AAN

Pada Gambar 3 menunjukkan bahwa hampir semua unsur yang dianalisis mendekati nilai yang tercantum dalam sertifikat dengan nilai ± 1 SD sehingga data yang diperoleh dapat dikatakan memenuhi syarat analisis. Hasil analisis unsur Hg dan Sr pada NIST 2702 memberikan nilai yang relatif jauh dari nilai sertifikat dimana unsur Hg mempunyai nilai lebih dari ± 2 SD dan unsur Sr mempunyai nilai lebih dari ± 2 SD. Hasil analisis Hg dinyatakan *outlier* dari *control cart* sehingga untuk langkah selanjutnya dalam pekerjaan ini semua hasil analisis Hg dan Sr tidak dilaporkan.

Semua unsur dalam sampel sedimen yang menjadi target pengukuran dapat dianalisis secara sempurna baik kualitatif maupun kuantitatif. Konsentrasi dan ketidakpastian setiap unsur ditentukan reratanya yang diperoleh dari 3 kali pengukuran dari beberapa kali iradiasi. Hasil pengukuran sampel sedimen dan ketidakpastiannya disajikan pada Tabel 1. Ketidakpastian pengukuran yang dilaporkan dengan faktor cakupan 2 dan tingkat kepercayaan 95%. Unsur Sb mempunyai nilai ketidakpastian terbesar dibandingkan unsur lainnya

yaitu 12,36%, penyebab utamanya adalah faktor pengukuran dimana ^{122}Sb yang mempunyai energi 564,2 keV berdekatan dengan beberapa energi dari unsur lainnya ^{76}As dan ^{134}Cs pada energi 563,2 keV.

Tabel 1. Hasil analisis unsur Al, Ti, As, Cr, Co, Fe, Sb, U, V, K dan Zn dalam sampel sedimen

unsur	Pengukuran						Rerata	
	nilai 1	unc. 1	nilai 2	unc. 2	nilai 3	unc. 3	nilai	unc.
Al	62386,99	2172,77	60930,98	2141,51	59580,91	2074,19	60966	2129
Ti	4202,64	273,192	4346,03	279,357	4293,28	274,525	4281	275,69
As	20,35	1,79	19,06	1,87	20,25	2,03	19,9	1,9
Cr	132,09	6,66	133,02	7,55	132,09	6,67	130,3	6,8
Co	13,58	0,69	13,28	0,70	13,63	0,68	13,5	0,69
Fe	41154,40	1220,40	39927,28	1194,04	41114,75	1129,01	40056	1194
Sb	3,17	0,35	3,06	0,37	3,00	0,35	3,06	0,36
U	3,12	0,20	2,96	0,17	2,53	0,18	2,87	0,19
V	93,31	7,04	91,28	6,77	88,22	6,53	90,9	6,78
Zn	417,09	20,59	412,33	20,35	414,97	21,03	415	20,3
K	20211,74	1341,08	20022,29	1382,40	20337,07	1462,27	20190	1395

Tabel 2. Hasil analisis unsur Al, As, Ba, Ca, Cr, Fe, K, Mg, Mn, Na, Sb, Se, Th, Ti, U dan V dalam sampel kandidat CRM

unsur	Pengukuran						Rerata	
	nilai 1	unc. 1	nilai 2	unc. 2	nilai 3	unc. 3	nilai	unc.
Al	100099,14	3002,98	102672,55	2751,69	102536,17	2803,75	101769,28	2852,81
Ti	4637,25	387,988	4592,67	360,209	4272,64	416,573	4500,85	388,26
As	21,88	2,09	21,38	2,26	22,43	2,25	21,90	2,20
Cr	108,81	6,58	116,74	7,51	118,36	7,43	114,64	7,17
Ca	39866,92	2841,94	39069,02	2705,08	38042,61	3072,74	38992,85	2873,25
Fe	101657,09	2144,04	101389,90	1986,63	100078,15	2222,16	101041,71	2117,61
Sb	1,61	0,17	1,62	0,18	1,66	0,17	1,63	0,18
U	7,89	0,52	8,13	0,64	7,89	0,53	7,97	0,57
Mg	14163,56	1291,18	14398,73	1273,79	14378,92	1311,59	14313,74	1292,19
Mn	1043,88	57,77	1033,51	56,55	1033,23	57,35	1036,88	57,22
V	116,11	7,82	122,05	8,08	122,25	9,09	120,14	8,33
Th	16,95	0,69	17,17	0,68	16,73	0,73	16,95	0,70
K	6155,74	682,72	6330,30	710,13	6249,38	662,88	6245,14	685,24
Ba	443,59	35,08	529,98	44,28	605,11	48,95	526,23	42,77
Na	9071,56	202,22	9242,80	204,32	9109,53	196,21	9141,30	200,92
Se	1,06	0,56	1,07	0,22	1,54	0,36	1,22	0,38

Unsur Al, As, Ba, Ca, Cr, Fe, Hg, K, Mg, Mn, Na, Sb, Se, Sr, Th, Ti, U dan V yang menjadi target pada pengukuran sampel kandidat CRM hampir semuanya dapat terdeteksi dengan sempurna hanya unsur Hg dan Sr yang tidak dianalisis, disebabkan hasil validasi pada analisis ini kurang memuaskan. Hasil analisis kandidat CRM ditampilkan pada Tabel 2, dimana pengukuran dilakukan dengan 3 kali pengulangan dan diambil rerata sebagai hasil akhir analisis.

Evaluasi hasil analisis dilakukan dengan membandingkan hasil pengukuran dengan nilai

sertifikat NIST 2074. Analisis statistik hasil pengukuran dilakukan dengan menghitung bias relatif, rasio, μ_{test} dan Z_{score} menggunakan persamaan 1-4, dimana hasilnya disajikan dalam Tabel 3. Bias relatif yang dapat diterima setiap unsur berkisar antara 20% - 25% [2]. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa bias relatif semua unsur < 20% sehingga semua data dapat diterima. Perhitungan μ_{test} menunjukkan bahwa hasil analisis unsur Al, Ti, Cr, Co, U, V, K dan Zn pada sampel sedimen yang dilaporkan tidak beda signifikan terhadap nilai acuan (nilai sertifikat) sedangkan untuk unsur As, Fe dan

Sb diketahui bahwa hasil yang dilaporkan kemungkinan tidak beda signifikan terhadap nilai acuan. Berdasarkan uji statistik Z_{score} diketahui bahwa hasil analisis semua unsur dikategorikan memuaskan dimana nilai Z_{score} semua unsur dalam kisaran $-2 < Z_{score} > 2$ [3]. Tingkat keberhasilan

analisis unsur Al, Ti, As, Cr, Co, Fe, Sb, U, V, K dan Zn dalam sampel sedimen berdasarkan perhitungan Z_{score} adalah 100%. Evaluasi hasil pengukuran berdasarkan perhitungan Z_{score} menitikberatkan pada nilai analisis yang diperoleh tanpa mempertimbangkan ketidakpastian pengukuran.

Tabel 3. Evaluasi hasil analisis unsur dalam sedimen dibandingkan dengan nilai sertifikat berdasarkan nilai Z_{score}

Unsur	Hasil analisis ($\mu\text{g/g}$)		Nilai acuan ($\mu\text{g/g}$)		Rasio	Bias relatif (%)	μ_{test}	Z_{score}
	nilai	unc.	nilai	unc.				
Al	60966	2129	61100	1600	1	0,22	0,05	-0,07
Ti	4281	275,69	4570	180	0,94	6,33	0,88	-1,41
As	19,9	1,9	23,4	0,8	0,85	15,01	1,71	-1,51
Cr	130,3	6,8	135	5	0,97	3,49	0,56	-0,46
Co	13,5	0,69	14	0,6	0,96	3,73	0,57	-0,35
Fe	40056	1194	41100	1000	0,97	2,54	0,67	-0,79
Sb	3,06	0,36	3,79	0,15	0,81	19,27	1,85	-1,47
U	2,87	0,19	3,13	0,13	0,92	8,27	1,15	-0,61
V	90,9	6,78	95	4	0,96	4,28	0,52	-0,51
Zn	415	20,3	438	12	0,95	5,31	0,98	-0,83
K	20190	1395	20000	400	1,01	0,95	-0,13	0,26

Evaluasi hasil analisis kandidat CRM dilakukan hanya berdasarkan Z_{score} dengan seleksi data menggunakan uji Grubbs. Hal ini dikarenakan kandidat CRM belum mempunyai nilai acuan, sehingga digunakan nilai median dari beberapa peserta sebagai nilai acuan. Enam belas unsur yang dilaporkan, hanya unsur Mg dan Se tidak dapat diolah dalam uji

statistik lebih lanjut. Hal ini dikarenakan pada analisis unsur Mg, hasil yang diperoleh dari seluruh laboratorium peserta memiliki rentang data yang sangat besar sedangkan pada analisis unsur Se, data yang diperoleh tidak mencukupi uji statistik terkait disebabkan hanya 4 laboratorium yang dapat melaporkan hasil analisisnya.

Tabel 4. Evaluasi hasil analisis unsur dalam kandidat CRM berdasarkan nilai Z_{score}

Unsur	Hasil analisis ($\mu\text{g/g}$)		Nilai Median ($\mu\text{g/g}$)		Z_{score}
	nilai	unc.	nilai	unc.	
Al	101769,28	2852,81	110813	3086,10	-2,25
Ti	4500,85	388,26	5129	227	-1,43
As	21,90	2,20	22,89	2,28	-1,67
Cr	114,64	7,17	107,7	8,52	5,20
Ca	38992,85	2873,25	39391	1281,8	0,3
Fe	101041,71	2117,61	90786	2605	3,58
Sb	1,63	0,18	1,46	0,21	1,23
U	7,97	0,57	5,06	0,63	4,71
Mg	14313,74	1292,19	-	-	-
Mn	1036,88	57,22	1038	58,4	0,0
V	120,14	8,33	121,0	9,40	-0,09
Th	16,95	0,70	15,21	1,61	1,39
K	6245,14	685,24	6161	265,06	2,06
Ba	526,23	42,77	786	46,10	-3,40
Na	9141,30	200,92	9062	368	-0,09
Se	1,22	0,38	-	-	-

Pada Tabel 4 dapat diketahui bahwa unsur Cr, Fe, U dan Ba mempunyai nilai $Z_{score} \geq 3$ atau $Z_{score} \leq -3$ sehingga dikategorikan hasil yang dilaporkan kurang memuaskan. Unsur Al dan K mempunyai nilai Z_{score} pada kisaran $3 \geq Z_{score} \geq 2$ atau $-3 \geq Z_{score} \geq -2$ yang dikategorikan hasil analisis meragukan, sedangkan unsur Ti, As, Ca, Sb, Mn, V, Th dan Na masuk dalam kisaran $2 \geq Z_{score} \geq -2$ yang dikategorikan hasil analisis terlapor sangat memuaskan. Banyaknya unsur yang memberikan hasil kurang memuaskan pada analisis kandidat CRM disebabkan SRM yang digunakan sebagai validasi mempunyai matriks yang berbeda dengan sampel, dimana setelah dievaluasi oleh tim FAANI diketahui bahwa sampel kandidat CRM merupakan sampel *fly ash* batu bara sedangkan SRM yang digunakan untuk validasi adalah sampel sedimen laut. Dari kegiatan ini dapat diketahui bahwa perlunya penggunaan SRM yang mempunyai matriks yang sama dengan sampel yang akan dianalisis.

Evaluasi tingkat keberhasilan hasil pengukuran sampel sedimen selain dilakukan berdasarkan Z_{score} juga dilakukan evaluasi berdasarkan IAEA dengan mempertimbangkan besarnya nilai akurasi dan presisi. Hasil pengukuran akan dinyatakan benar jika akurasi dan presisi keduanya lulus. Perhitungan evaluasi hasil analisis dilakukan dengan persamaan 5-8 yang disajikan pada Tabel 5. Berdasarkan perhitungan IAEA diketahui bahwa semua unsur yang ditargetkan mempunyai akurasi yang sangat baik, hal ini menunjukkan bahwa hasil pengukuran mendekati nilai sebenarnya (nilai sertifikat). Perhitungan presisi berdasarkan perhitungan IAEA tidak hanya dipengaruhi oleh nilai pengukuran tetapi juga nilai ketidakpastian pengukuran. Pada Tabel 5 diketahui bahwa hasil perhitungan presisi unsur Al, Ti dan K tidak memenuhi persyaratan yang ditentukan, hal ini dikarenakan nilai ketidakpastian pengukuran yang diperoleh terlalu besar.

Tabel 5. Kriteria keberterimaan hasil analisis berdasarkan perhitungan IAEA

Unsur	Akurasi			Presisi			Hasil akhir
	A	B	Status $A \leq B$	C	D	Status $C \leq D$	
Al	134	5194	lulus	4,37	4,02	tidak lulus	ditolak
Ti	289	642	lulus	7,55	5,98	tidak lulus	ditolak
As	3,51	4,02	lulus	10,14	10,52	lulus	diterima
Cr	4,71	16,46	lulus	6,40	8,50	lulus	diterima
Co	0,52	1,78	lulus	6,67	11,58	lulus	diterima
Fe	1044	3037	lulus	3,85	4,05	lulus	diterima
Sb	0,73	0,77	lulus	12,55	13,68	lulus	diterima
U	0,26	0,44	lulus	7,67	14,10	lulus	diterima
V	4,07	15,35	lulus	8,56	9,09	lulus	diterima
Zn	23,2	46,0	lulus	5,62	6,97	lulus	diterima
K	-190	2830	lulus	7,19	4,12	tidak lulus	ditolak

Ketidakpastian pengukuran pada analisis menggunakan metode AAN diperoleh dari beberapa sumber ketidakpastian yaitu penimbangan, pengukuran sampel dan standar, pembuatan standar sekunder, iradiasi sampel dan standar serta peluruhan sampel dan standar^[4]. Unsur Al, Ti dan K dianalisis pada energi gamma 1779, 320 dan 1524 keV dengan umur paruh masing-masing adalah 2,24 menit, 5,76 menit dan 12,36 jam^[5]. Kontribusi ketidakpastian terbesar pada unsur Al, Ti dan K adalah pada kestabilan fluks neutron pada fasilitas pneumatik, pengukuran dan peluruhan radioaktif yang relatif singkat. Oleh karena itulah, diperlukan evaluasi ketidakpastian unsur untuk setiap pengukuran sehingga hasil yang diperoleh dapat dinyatakan valid dan akurat baik dengan pengujian berdasarkan Z_{score} maupun IAEA.

KESIMPULAN

Program uji banding antar laboratorium adalah program penting yang perlu dilakukan untuk meningkatkan akurasi dan presisi suatu metode analisis. Program ini sangat bermanfaat untuk meningkatkan kualitas suatu laboratorium pengujian. Program uji banding antar laboratorium AAN diselenggarakan oleh FAANI – BATAN. Evaluasi hasil uji banding laboratorium AAN PSTA pada analisis sampel sedimen menunjukkan bahwa berdasarkan pengujian bias relatif, rasio, μ_{test} dan Z_{score} semua unsur yang ditargetkan dapat terdeteksi dengan sempurna dengan tingkat keberterimaan 100% sedangkan berdasarkan perhitungan IAEA unsur Al, Ti dan K dinyatakan tidak diterima yang disebabkan oleh besarnya ketidakpastian pengukuran. Oleh karena itulah, diperlukan evaluasi ketidakpastian unsur untuk setiap pengukuran sehingga hasil yang diperoleh dapat dinyatakan valid

dan akurat baik dengan pengujian berdasarkan Z_{score} maupun IAEA. Evaluasi hasil uji banding laboratorium AAN PSTA pada analisis sampel kandidat CRM menunjukkan bahwa dari 18 unsur yang ditargetkan 16 unsur dapat dianalisis baik secara kualitatif maupun kuantitatif secara sempurna, 4 unsur dikategorikan kurang memuaskan, 2 unsur memberikan hasil meragukan, 8 unsur dinyatakan memberikan hasil sangat memuaskan dan 2 unsur lainnya tidak dapat dievaluasi karena hanya 4 laboratorium yang melaporkan hasil analisisnya. Penggunaan SRM yang mempunyai matriks yang sama dengan sampel yang akan diukur akan mempengaruhi hasil analisis. Kegiatan ini dapat diteruskan guna peningkatan kualitas analisis laboratorium AAN PSTA.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Sutanto W.W., Mulyono, Sukadi, Suhardi, Rosidi ST., Bambang Irianto A. Md., Sihono dan seluruh staf bidang Reaktor PSTA – BATAN atas bantuan dan kerjasama dalam melakukan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Muhayatun S., Gunawan, Saiful Yusuf, (2013), *Laporan Uji Banding Antar Laboratorium Analisis Aktivasi Neutron VI*, FAANI – BATAN.
2. Waheed S., Siddique N. and Zaidi J. H., (2011), Participation in IAEA proficiency test exercise on major, minor and trace elements in ancient Chinese ceramic (IAEA-CU-2006-06) using low power research reactor, *J Radioanal Nucl Chem* 289 : 765–771.
3. De La Calle M.B, et al., (2009), *Report of Fifth Interlaboratory Comparison Organised by the Community Reference Laboratory Heavy Metals in Feed and Food*, IRMM – JRC European Commission.
4. Kucera, J., Bode, P., Stepanek, V., (2004), *Uncertainty Evaluation in Instrumental And Radiochemical Neutron Activation Analysis, IAEA TECDOC 1401., Quantifying Uncertainty in Nuclear Analytical Measurements*. IAEA.
5. Erdtmann G., (1976), *Neutron Activation Tables*. New York: Verlag Chemie.