

KARAKTERISASI UNSUR DALAM SAMPEL TANAH DAN SEDIMEN MENGGUNAKAN TEKNIK AAN UNTUK UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM BATAN

Syukria Kurniawati , Diah Dwiana Lestiani, Natalia Adventini

Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri-BATAN
Jl. Tamansari no. 71, Bandung 40132
Email : syukria4@yahoo.com

ABSTRAK.

KARAKTERISASI UNSUR DALAM SAMPEL TANAH DAN SEDIMEN MENGGUNAKAN TEKNIK AAN UNTUK UJI BANDING LABORATORIUM BATAN. Telah dilakukan karakterisasi unsur pada sampel tanah dan sedimen dalam rangka uji banding antar laboratorium BATAN menggunakan teknik analisis aktivasi neutron (AAN). Laboratorium TAR PTNBR yang terakreditasi KAN sejak tahun 2006 mengikuti uji banding antar laboratorium untuk mengevaluasi dan mempertahankan unjuk kerjanya sebagai laboratorium pengujian yang menerapkan sistem mutu ISO/IEC 17025. Sampel uji berupa tanah dan sedimen diperoleh dari PTBIN selaku koordinator uji banding. Sampel dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 2 jam dan dihomogenkan. Iradiasi sampel dilakukan di rabbit system PRSG G.A Siwabessy, selama 1, 2, 10 dan 60 menit. Pencacahan sampel dilakukan dengan spektrometer gamma detektor resolusi tinggi HPGe. Dilakukan uji statistik yaitu μ -test, bias relatif, akurasi, dan presisi. Dari hasil analisis, diketahui unsur-unsur yang terkandung dalam tanah adalah V, Al, Ca, Mn, Na, K, As, Fe, Zn dan Hg. Dari uji akurasi dan presisi yang dilakukan terhadap sepuluh unsur tersebut, semua mendapatkan status akhir 'diterima' kecuali satu unsur yaitu Ca 'ditolak'. Unsur yang terdeteksi dalam sedimen adalah V, Al, Mn, Cr, Fe, Zn dan Co. Status akhir untuk V, Al, Mn, Cr, Fe dan Co dalam sedimen 'diterima' sedangkan Zn mendapat status akhir 'ditolak'.

Kata kunci : tanah, sedimen, AAN, uji banding laboratorium

ABSTRACT.

ELEMENTAL CHARACTERIZATION OF SOIL AND SEDIMENT USING NAA TECHNIQUE FOR BATAN INTER LABORATORY COMPARISON. Elemental characterization of soil and sediment samples using neutron activation analysis (NAA) for BATAN inter laboratory comparison have been conducted. TAR laboratory have been accredited by KAN since 2006, participating the test to evaluate and maintain its capability as testing laboratory that implemented ISO/IEC 17025. Samples from PTBIN were dried at 110 °C for 2 hours and homogenized. The samples were irradiated at rabbit system of Multi-Purpose Reactor G.A Siwabessy for 1, 2, 10 and 60 minutes, then counted using HPGe gamma spectrometer. Several statistical test were applied such as μ -test, relative deviation, acceptance criteria for accuracy and precision. The result showed that soil contains V, Al, Ca, Mn, Na, K, As, Fe, Zn and Hg. From accuracy and precision, final status for 9 elements were passed but Ca was rejected, while V, Al, Mn, Cr, Fe, Zn and Co were detected in sediment samples. Final status for V, Al, Mn, Cr, Fe and Co elements were passed but Zn was rejected.

Key words : soil, sediment, NAA, inter laboratory comparison

1. PENDAHULUAN

Jaminan kualitas hasil pengukuran sangat diperlukan pada suatu laboratorium pengujian. Penyajian data pengukuran yang akurat dan memiliki presisi tinggi menjadi salah satu syarat bagi laboratorium pengujian untuk mendapat pengakuan dari pengguna maupun lembaga yang menerbitkan sertifikasi. Untuk memperoleh data pengukuran yang akurat dan memiliki presisi tinggi diperlukan suatu metode analisis yang valid dan teruji validitasnya [1]. Salah satu metode analisis yang banyak digunakan adalah analisis aktivasi neutron (AAN), yaitu suatu teknik analisis nuklir yang sangat akurat dan sensitif, non-destruktif, tidak memerlukan preparasi sampel yang rumit serta dapat mengukur banyak unsur seperti aluminium, antimon, arsen, cadmium, chromium, selenium dan lain-lain [2].

Dalam validasi metode, uji banding antar laboratorium dapat digunakan sebagai alat untuk menentukan karakteristik kinerja dan dapat digunakan untuk menilai kompetensi laboratorium dengan acuan yang dinyatakan dalam metode yang divalidasi tersebut [3].

Laboratorium Teknik Analisis Radiometri (TAR) PTNBR sebagai salah satu laboratorium pengujian yang aktif memanfaatkan metode AAN dan telah terakreditasi Komite Akreditasi Nasional (KAN) sejak tahun 2006 mengikuti uji banding antar laboratorium untuk mengkaji ulang sistem mutunya, mengevaluasi unjuk kerja laboratorium, menganalisis proses pengujian/kalibrasi dan untuk memperoleh data yang diperlukan dalam rangka peningkatan kinerja laboratorium. Uji banding antar laboratorium BATAN yang diikuti oleh laboratorium TAR diselenggarakan oleh Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN). Sampel uji adalah tanah dan sedimen dengan konsentrasi unsur yang telah ditetapkan oleh penyelenggara. Karakterisasi unsur-unsur dalam sampel tanah dan sedimen dilakukan menggunakan teknik AAN.

2. TEORI

Karakterisasi unsur-unsur dalam tanah dan sedimen dapat dilakukan dengan berbagai metode seperti *inorganic mass spectrometry* (meliputi *isotope dilution mass spectrometry* (IDMS) dan *species-specific IDMS*, *inductively coupled plasma atomic emission spectrometry*, kromatografi ion, *flame* dan *graphite furnace* AAS. Preparasi sampel menggunakan teknik

tersebut relatif kompleks karena keberadaan matriks organik yang cukup tinggi [4]. Teknik AAN memiliki selektivitas, sensitivitas dan keakuratan tinggi sampai skala nanogram, dan dapat digunakan untuk karakterisasi unsur dalam sampel padat dengan preparasi minimal bahkan tanpa preparasi [5].

Pemilihan metode untuk karakterisasi unsur dalam sampel tanah dan sedimen harus memenuhi *fitness for purpose* yang meliputi *quality assurance/QA* dan *quality control/QC*. QA/QC mengacu pada keseluruhan proses pengujian yang dilakukan oleh suatu laboratorium untuk menjamin dan memantau kualitas hasil pengujian [6].

Jaminan mutu hasil pengujian ditentukan oleh kemampuan laboratorium dalam membuktikan kualitas data analisisnya, salah satunya dengan mengikuti uji banding antar laboratorium maupun uji profisiensi. Uji banding merupakan pendekatan yang tepat untuk mengevaluasi unjuk kerja suatu metode analisis [7]. Dalam uji banding antar laboratorium, beberapa laboratorium peserta menganalisis suatu sampel yang memiliki karakteristik tertentu dan memiliki konsentrasi yang telah ditetapkan nilainya (nilai referensi). Uji banding dilaksanakan untuk mengukur unjuk kerja tiap laboratorium peserta dengan membandingkan hasil analisis antar laboratorium maupun dengan nilai referensi. Secara umum, laboratorium mengeluarkan hasil uji yang menunjukkan riptabilitas sehingga ketidakpastian pengukuran harus dievaluasi sesuai standar ISO/IEC 17025:2005 [8].

Penilaian uji banding mengacu pada uji profisiensi yang dilakukan oleh Badan Tenaga Atom Internasional (IAEA = *International Atomic Energy Agency*). Uji statistik yang digunakan antara lain bias relatif, μ -test, akurasi dan presisi [9]. Bias relatif digunakan untuk mengevaluasi bias dari hasil laboratorium terhadap nilai referensi dan dinyatakan dalam persen [8].

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

Nilai μ -test ditentukan dengan persamaan berikut:

$$\mu\text{-test} = \frac{|\text{nilai}_{\text{referensi}} - \text{nilai}_{\text{analisis}}|}{\sqrt{\text{Unc}_{\text{referensi}}^2 + \text{Unc}_{\text{analisis}}^2}} \quad (2)$$

Nilai analisis merupakan nilai yang dikeluarkan oleh laboratorium peserta; nilai referensi

merupakan nilai benar yang terdapat dalam sertifikat; *Unc* referensi menunjukkan ketidakpastian dari nilai benar dan *Unc* analisis menunjukkan ketidakpastian dari nilai yang dikeluarkan oleh laboratorium. Nilai μ -test yang diperoleh dibandingkan dengan *critical values* yang terdapat dalam tabel t-statistik untuk menentukan apakah hasil analisis menunjukkan perbedaan yang nyata dari sertifikat pada tingkat kepercayaan 99% [10]. Tabel 1 menyajikan batasan nilai μ -test hasil analisis dan statusnya terhadap nilai sertifikat.

Tabel 1. Nilai μ -test dan statusnya

Nilai μ -test	Probabilitas	Status
$\mu < 1,64$	Lebih dari 0,1	Hasil yang dilaporkan tidak berbeda nyata dari nilai sertifikat
$1,64 < \mu < 1,95$	Antara 0,1 dan 0,05	Hasil yang dilaporkan kemungkinan tidak berbeda nyata dari nilai sertifikat
$1,95 < \mu < 2,58$	Antara 0,05 dan 0,01	Tidak jelas beda nyata antara hasil yang dilaporkan dengan nilai sertifikat
$2,58 < \mu < 3,29$	Antara 0,01 dan 0,001	Hasil yang dilaporkan kemungkinan beda nyata dari nilai sertifikat
$\mu > 3,29$	Kurang dari 0,001	Hasil yang dilaporkan beda nyata dari nilai sertifikat

Uji presisi dan akurasi berdasarkan metode IAEA dengan kriteria hasil pengujian yang diterima:

- a. Akurasi hasil pengujian lulus bila nilai $A1 \leq A2$ di mana:

$$A1 = |\text{Nilai}_{\text{sertifikat}} - \text{Nilai}_{\text{analisis}}|$$

$$A2 = 2,58 \times \sqrt{\text{Unc}_{\text{sertifikat}}^2 + \text{Unc}_{\text{analisis}}^2}$$

- b. Presisi hasil pengujian lulus bila nilai $P \leq 20\%$ di mana:

$$P = \sqrt{\left(\frac{\text{Unc}_{\text{sertifikat}}}{\text{Nilai}_{\text{sertifikat}}}\right)^2 + \left(\frac{\text{Unc}_{\text{analisis}}}{\text{Nilai}_{\text{analisis}}}\right)^2} \times 100\%$$

Nilai P tersebut dinyatakan dalam persen dari nilai terukur [10].

Pada evaluasi akhir, nilai akurasi dan presisi dikombinasikan. Kriteria penilaian dinyatakan dengan status ‘diterima’ apabila akurasi maupun presisi keduanya lulus. Apabila salah satu (presisi atau akurasi) maupun keduanya tidak lulus, maka status penilaian menjadi ‘ditolak’[11].

3. TATA KERJA

Sampel tanah dan sedimen diperoleh dari penyelenggara uji interkomparasi BATAN yaitu PTBIN. Preparasi sampel dilakukan sesuai prosedur pelaksanaan uji banding yaitu sampel tanah dan sedimen sebanyak 2 gram dikeringkan menggunakan oven pada suhu 110°C selama 2 jam. Setelah itu sampel dihomogenkan dengan cara dikocok selama 2 menit. Preparasi juga dilakukan untuk *reference material* (RM) IAEA Soil 7 dengan prosedur yang sama dengan sampel.

Sampel dan *reference material* yang telah selesai dipreparasi kemudian ditimbang dan dimasukkan ke dalam vial polietilen berukuran 0,273 mL, lalu disegel dengan cara dipanaskan untuk menutupnya. Sampel dan bahan acuan siap untuk diiradiasi bersama standar.

Sampel beserta bahan acuan dan standar diiradiasi di *rabbit system* reaktor PRSG G.A. Siwabessy Serpong dengan fluks neutron $\sim 10^{13} \text{ n.cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ selama 1, 2, 10 dan 60 menit. Karakterisasi kandungan unsur-unsur dalam tanah dan sedimen serta validasi metode dilakukan dengan mencacah sampel beserta bahan acuan dan standar menggunakan Spektrometer Gamma HPGe selama 100 – 200, 1000 – 2000 dan 3000 – 5000 detik.

Analisis spektrum Gamma dan interpretasi dilakukan menggunakan *software* Genie-2000.

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Validasi metode dilakukan dengan pengujian RM IAEA Soil 7 yang memiliki matriks serupa dengan sampel tanah dan sedimen, yang dianalisis menggunakan metode seperti pada sampel, dengan tujuan mendapatkan metode uji yang valid serta menjamin mutu hasil pengujian. Hasil analisis

unsur pada RM IAEA Soil 7 dan nilai sertifikat ditampilkan pada Tabel 2. Data memperlihatkan, nilai analisis memiliki kesesuaian dengan nilai pada sertifikat dengan bias relatif < 10%, sehingga dapat dikatakan metode uji yang digunakan valid dan dapat dipercaya untuk analisis pada cuplikan tanah dan sedimen.

Hasil analisis sampel uji banding BATAN/II/2008 dengan nilai yang tercantum

dalam sertifikat (nilai referensi) tanah dan sedimen diperlihatkan pada Tabel 3 dan 4. Dari pembahasan hasil uji banding antar laboratorium, diketahui bahwa sampel uji banding untuk tanah merupakan *standard reference material* (SRM) *National Institute of Standard and Technology* (NIST) Montana Soil 2711 dan SRM NIST Estuarine Sediment 1646 untuk sedimen.

Tabel 2. Nilai analisis RM IAEA Soil 7

Unsur	Nilai analisis (mg/kg)		Nilai sertifikat (mg/kg) [12]		Bias relatif(%)
	Mean ± Unc		Rec value	95% confidence interval	
Mg	2169,1	±2698,0	11300	11000-11800	7,69
V	70,8	±12,3	66	59-73	7,27
Al	51003,4	±1300,3	47000	44000-51000	8,52
Ca	146768,8	±31729,1	163000	157000-174000	-9,96
Mn	663,7	±35,1	631	604-650	5,18
Na	2351,58	±18,73	2400	2300-2500	-2,02
K	12272,03	±463,70	12100	11300-12700	1,42
As	13,2	±3,43	13,4	12,5-14,2	-1,49
Cr	63,51	±1,29	60	49-74	5,85
Fe	25545,42	±519,57	25700	25200-26300	-0,60
Co	8,57	±0,39	8,9	8,4-10,1	-3,71
Zn	109,96	±12,03	104	101-113	5,73

Tabel 3. Perbandingan hasil analisis tanah SRM NIST Montana Soil 2711 terhadap nilai benar pada sertifikat

Unsur	Nilai analisis (mg/kg)		Nilai sertifikat (mg/kg) [13]		bias relatif (%)	μ -test
	Mean	Unc	Rec value	Unc		
Al	62400	1200	65300	900	-4,44	1,93
Ca	24800	900	28800	800	-13,89	3,32
Mn	658	35	638	28	3,13	0,45
V	79,1	6,3	81,6	2,9	-3,06	0,36
As	100	7	105	8	-4,76	0,47
Na	10400	500	11400	300	-8,77	1,71
K	22700	1100	24500	800	-7,35	1,32
Fe	29400	500	28900	600	1,73	0,64
Zn	346	9	350,4	4,8	-1,26	0,43
Hg	7,1	0,6	6,25	0,19	-13,60	1,35

Tabel 4. Perbandingan hasil analisis sedimen SRM NIST Estuarine Sediment 1646 terhadap nilai benar pada sertifikat

Unsur	Nilai analisis (mg/kg)		Nilai sertifikat (mg/kg) [14]		Bias relatif (%)	μ -test
	Mean	Unc	Rec value	Unc		
Al	63800	5500	62500	2000	2,08	0,22
Mn	352	27	375	20	-6,13	0,68
V	90,4	6,3	94	1	-3,83	0,56
Cr	76,1	3,1	76	3	0,13	0,02
Fe	36800	1100	33500	1000	9,85	2,22
Co	10,5	0,4	10,5	1,3	0,00	0,00
Zn	178	7	138	6	28,99	4,34

Tabel 5. Status hasil pengujian sampel tanah

Unsur	Uji akurasi		Status	Uji presisi		Status akhir
	A1	≤ A2		P(%) ≤ 20%	Status	
Al	2900	3870	lulus	2,37	lulus	diterima
Ca	4000	3106,73	tidak lulus	4,57	lulus	ditolak
Mn	-20	115,64	lulus	6,90	lulus	diterima
V	2,5	17,89	lulus	8,72	lulus	diterima
As	5	27,43	lulus	10,35	lulus	diterima
Na	1000	1504,39	lulus	5,48	lulus	diterima
K	1800	3509,18	lulus	5,84	lulus	diterima
Fe	-500	2015,04	lulus	2,68	lulus	diterima
Zn	4,4	26,32	lulus	2,94	lulus	diterima
Hg	-0,85	1,62	lulus	8,98	lulus	diterima

Tabel 6. Status hasil pengujian sampel sedimen

Unsur	Uji akurasi		Status	Uji presisi		Status akhir
	A	≤ B		P(%) ≤ 20%	Status	
Al	-1300	15099,06	lulus	9,20	lulus	diterima
Mn	23	86,69	lulus	9,34	lulus	diterima
V	3,6	16,46	lulus	7,05	lulus	diterima
Cr	-0,1	11,13	lulus	5,67	lulus	diterima
Fe	-3300	3835,45	lulus	4,22	lulus	diterima
Co	0	3,51	lulus	12,95	lulus	diterima
Zn	-40	23,79	tidak lulus	5,86	lulus	ditolak

Karakterisasi tanah menggunakan teknik AAN menghasilkan 10 unsur. Hasil perhitungan bias relatif untuk sampel tanah pada Tabel 2 menunjukkan, 8 unsur yaitu Al, Mn, As, V, Na, K, Fe dan Zn memiliki nilai bias relatif dibawah 10%, sedangkan 2 unsur lain yaitu Ca dan Hg masing-masing di atas 10%. Dari hasil μ -test didapatkan 7 unsur yaitu Mn, Fe, As, K, V, Zn dan Hg berada pada daerah $\mu < 1,64$ yang artinya hasil analisis tidak

berbeda nyata dari nilai sertifikat. Sedangkan 2 unsur yaitu Al dan Na berada pada rentang $1,64 < \mu < 1,95$ maka dapat dinyatakan bahwa hasil analisis kemungkinan tidak beda nyata dengan nilai sertifikat. Satu unsur yaitu Ca dengan nilai μ -test 3,32 menunjukkan hasil analisis berbeda nyata dari nilai sertifikat.

Karakterisasi sedimen menggunakan AAN menghasilkan 7 unsur. Nilai bias relatif dan μ -test untuk unsur-unsur dalam sedimen

disajikan dalam Tabel 4. Hanya satu unsur memiliki bias relatif di atas 10% yaitu Zn sedangkan Al, Mn, V, Cr dan Co bias relatifnya <10%, bahkan untuk Co 0% artinya nilai analisis sama dengan sertifikat. Dari 7 unsur, 5 unsur yang hasil analisisnya tidak berbeda nyata dari sertifikat meliputi Al, Mn, V, Cr dan Co. Hasil tersebut ditunjukkan oleh nilai μ -test <1,96. Sedangkan untuk Fe dengan nilai μ -test 2,22 masuk dalam kategori $1,95 < \mu < 2,58$, artinya bahwa tidak jelas beda nyata antara hasil analisis dengan nilai sertifikat. Satu unsur yaitu Zn menunjukkan beda nyata antara nilai analisis dengan nilai sertifikat ditunjukkan oleh nilai $\mu > 3,29$.

Berdasarkan akurasi dan presisi yang dihitung dari data hasil analisis dan nilai sertifikat, dapat ditentukan status akhir untuk setiap unsur. Status akhir dinyatakan dengan notasi diterima atau ditolak. Hasil evaluasi dari sampel tanah disajikan dalam Tabel 5. Dari semua unsur yang terukur, hanya satu yaitu Ca yang status akhirnya ditolak karena tidak memenuhi kriteria uji akurasi walaupun lulus pada uji presisi. Status hasil pengujian sedimen disajikan pada Tabel 6. Dari uji presisi 7 unsur yang dilaporkan, semua mendapatkan status lulus sedangkan pada uji akurasi hanya satu unsur dinyatakan tidak lulus yaitu Zn. Dari kombinasi uji akurasi dan uji presisi diperoleh status akhir diterima untuk 6 unsur yang lulus keduanya dan status akhir ditolak untuk satu unsur yang tidak lulus uji akurasi.

Secara keseluruhan, laboratorium TAR mendapatkan hasil *outlier* untuk dua unsur yaitu Ca pada sampel tanah dan Zn pada sampel sedimen. Sesuai kebijakan KAN, terhadap hasil uji banding yang *outlier* perlu dilakukan investigasi dan tindakan perbaikan [3]. Setelah dilakukan kaji ulang terhadap data perhitungan unsur Ca, diketahui penyebab kesalahan ada pada nilai ketidakpastian yang terlalu kecil sehingga mempengaruhi hasil perhitungan uji akurasi. Analisis dilakukan terhadap penyebab kesalahan, dan ditemukan bahwa ada ketidaksesuaian antara nilai pengolahan data awal dengan nilai yang dilaporkan.

Pada unsur Zn yang *outlier* dilakukan kaji ulang dan diketahui penyebab kesalahan ada pada spektrum hasil pencacahan. Energi gamma Zn-65 adalah 1115,5 keV. Spektrum dari unsur Zn tumpang tindih dengan Eu-152 pada energi 1112,07 keV dan Sc-46 pada energi 1120,51 keV. Adanya spektrum pengganggu tersebut menyebabkan penentuan *region of interest* (ROI) menjadi tidak optimal

sehingga mempengaruhi perhitungan kadar unsur Zn.

5. KESIMPULAN

Telah dilakukan karakterisasi unsur-unsur dalam sampel tanah dan sedimen menggunakan teknik AAN dalam rangka uji banding antar laboratorium BATAN yang diselenggarakan oleh PTBIN.

Karakterisasi sampel tanah menghasilkan unsur Al, Ca, Mn, V, As, Na, K, Fe, Zn dan Hg. Dari uji akurasi dan presisi yang dilakukan, 90% mendapat status akhir diterima sedangkan satu unsur yaitu Ca mendapatkan status akhir ditolak.

Karakterisasi sampel sedimen menghasilkan unsur Al, Mn, V, Cr, Fe, Co dan Zn. Uji akurasi dan presisi dilakukan pada 7 unsur tersebut. Dari uji akurasi dan presisi yang dilakukan, 86% mendapat status akhir diterima sedangkan satu unsur yaitu Zn, ditolak.

6. DAFTAR PUSTAKA

1. **FORUM AAN INDONESIA**, Uji Banding Antar Laboratorium AAN (2008)
2. **IAEA**, Analytical Applications of Nuclear Technique (2004)
3. **MUHAYATUN**, Uji Profisiensi-Diktat pelatihan validasi metode analisis aktivasi neutron K0, Pusat pendidikan dan Pelatihan, Badan Tenaga Nuklir Nasional (2007)
4. **YIU-CHUNG YIP, JAMES CHUNG-WAH LAM and WAI-FONG TONG**, Commonly used methodologies for inorganic analysis in international key comparisons. Trends in Analytical Chemistry, **28** (2) (2009) 214-236
5. **GLASCOCK, M. D.**, Overview of Neutron Activation Analysis [serial online] 1996-2007 [cited 2008 Oct 8];1(1);Available from: URL :http://archaeometry.missouri.edu/naa_overview.html
6. **QUEVAUVILLER,P., FILLIPPELLI,M. and HORVAT, M.**, Method performance evaluation for methylmercury determination in fish and sediment, Trends in analytical chemistry, **19** (2+3) (2000) 157-166
7. **PEREIRA, E., RODRIGUES, S.M, OTERO, M., VA'LEGA, M., LOPES, C.B., PATO, P., COELHO, J.P.,**

- LILLEBØ, A.I., PARDAL, M.A., ROCHA, R. and DUARTE, A.C.**, Evaluation of an interlaboratory proficiency-testing exercise for total mercury in environmental samples of soils, sediments and fish tissue, *Trends in Analytical Chemistry*, 27 (10) (2008).959-970
8. **SHAKHASHIRO, A. and MABIT, L.**, Results of an IAEA inter-comparison exercise to assess ¹³⁷Cs and total ²¹⁰Pb analytical performance in soil, *Applied Radiation and Isotopes*, 67 (2009) 139-146
 9. **YUSUF, S., RUKIHATI dan KUNTORO, I.**, Uji banding antar laboratorium AAN terhadap sampel lingkungan (Prosiding Seminar Nasional AAN, Bandung 22 Oktober 2008), Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri, Badan Tenaga Nuklir Nasional, Bandung (2008) 206-317
 10. **SHAKHASHIRO, A., TRINKL, A., ROSSBACH, M., BENESCH, T., CAMPBELL, M., SANSONE, U., WILL, K., SCHORN, R. and TORVENYI, A.**, Final Report Proficiency Test on the Determination of Total Arsenic Concentration in Water: TC Project BGD/08/018, Seibersdorf (2005)
 11. **SHAKHASHIRO, A., TRINKL, A. and SANSONE, U.**, The IAEA's 'ALMERA Network' proficiency test on the determination of gamma-emitting radionuclides: A test of results comparability, *Applied Radiation and Isotopes*, 66 (2008) 1722-1725
 12. **IAEA**, Reference Sheet RM IAEA-Soil-7: Trace Elements in Soil (2000)
 13. **NIST**, Certificate of Analysis SRM 2711 Montana Soil (2002)
 14. **NIST**, Certificate of Analysis SRM 1646 Estuarine Sediment (1982)