

UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM KE-3 PADA PENENTUAN UNSUR DALAM CUPLIKAN BAHAN MAKANAN DENGAN METODE ANALISIS AKTIVASI NEUTRON

Muji Wiyono, Dadong Iskandar dan Wahyudi

Pusat Teknologi Keselamatan dan Metrologi Radiasi (PTKMR) - BATAN
Jl. Lebak Bulus Raya No. 49 Kotak Pos 7043 JKSKL, Jakarta Selatan
e-mail : muji_w@batan.goi.id

ABSTRAK

UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM KE-3 DALAM PENENTUAN UNSUR PADA CUPLIKAN BAHAN MAKANAN DENGAN METODE ANALISIS AKTIVASI NEUTRON. Telah dilakukan uji banding dalam penentuan unsur cuplikan bahan makanan dengan metode AAN yang diselenggarakan oleh laboratorium PTBIN-BATAN. Uji banding antar laboratorium ke-3 diikuti oleh enam laboratorium peserta di lingkungan BATAN dengan kode : Lab. 01, Lab. 02, Lab. 03, Lab. 04, Lab. 05 dan Lab. 06. Laboratorium KKL PTKMR-BATAN adalah peserta dengan nomor kode Lab. 06. Cuplikan bahan makanan yang diterima, dipreparasi dan diiradiasi dalam *rabbit system* RS-03 Reaktor Serbaguna GA. Siwabessy. Selanjutnya cuplikan teriradiasi dicacah menggunakan spektrometer gamma dengan detektor HPGe dan ditentukan kandungan unsurnya. Hasil analisis, dilaporkan ke laboratorium penyelenggara untuk dievaluasi unsur dalam cuplikan memenuhi lolos uji atau tidak. Hasil evaluasi oleh laboratorium penyelenggara, dari 9 unsur yang dilaporkan oleh Laboratorium KKL PTKMR-BATAN sebanyak 4 unsur yaitu : Al, K, Cu dan Se diterima dalam uji banding, sedangkan 5 unsur yaitu : Mn, Na, Ca, Fe dan Zn tidak diterima dalam uji banding. Jumlah unsur yang lolos uji pada uji banding laboratorium ke-3 berkurang dibandingkan dengan uji banding laboratorium sebelumnya, hal ini disebabkan kandungan unsur dalam cuplikan yang dianalisis sangat rendah.

Kata kunci : Uji banding, Bahan makanan, AAN

ABSTRACT

THE 3rd INTER LABORATORY COMPARISON IN THE DETERMINATION OF ELEMENTS IN FOODSTUFF WITH NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS METHOD. The 3rd inter laboratory comparison in the determination of elements in the foodstuff with NAA method held by PTBIN-BATAN Laboratory has been carried out. Six laboratories in BATAN were participated in the program with each code were: Lab. 01, Lab.02, Lab. 03, Lab. 04, Lab. 05 and Lab. 06. Lab KKL PTKMR-BATAN was a participant with Lab. 06 code number. The received samples of foodstuff were prepared and irradiated in the RS-03 rabbit system of GA. Siwabessy multi purpose reactor. The irradiated samples were counted by using gamma spectrometer with HPGe detector to determine the content of elements. Result of the analysis was reported to the coordinator to be evaluated whether the sample was passed or rejected. Result of the coordinator laboratory evaluated that, 9 elements identified by Lab. KKL PTKMR-BATAN had four elements such as; Al, K, Cu and Se were passed (accepted) and other elements such as; Mn, Na, Ca, Fe and Zn were rejected. The elements number that passed in the 3rd inter laboratory comparison was less than those of earlier inter laboratory comparison, this was due to elemental content in the analyzed samples was very low.

Key words : Inter comparison, Foodstuff, NAA

PENDAHULUAN

Laboratorium Keselamatan, Kesehatan dan Lingkungan (Lab. KKL) yang berada di Pusat Teknologi Keselamatan dan Metrologi Radiasi

(PTKMR)-BATAN merupakan laboratorium pengujian yang telah menerapkan ISO/IEC 17025: 2005. Sebagai laboratorium pengujian, Lab KKL

mempunyai tiga unit layanan yaitu : Unit Keselamatan, Unit Kesehatan dan Unit Lingkungan. Lab KKL mendapat akreditasi pertama oleh Komite Akreditasi Nasional (KAN) dengan No. LP-206-IDN pada tanggal 19 Maret 2004 dan akreditasi kedua pada tanggal 19 Desember 2008 dengan masa berlaku masing-masing dua tahun.

Salah satu cara yang digunakan untuk menilai kinerja suatu laboratorium dalam melakukan pengujian adalah melihat hasil program uji profisiensi [1]. Menurut ISO Guide 43, uji profisiensi laboratorium didefinisikan sebagai penilaian kinerja laboratorium dalam melakukan pengujian/kalibrasi dengan cara uji banding antar laboratorium. Uji banding antar laboratorium didefinisikan sebagai organisasi, unjuk kerja, dan evaluasi dari pengujian/kalibrasi terhadap cuplikan yang sama atau serupa oleh dua laboratorium atau lebih, menurut kondisi yang telah ditentukan sebelumnya [2].

Program uji profisiensi sangat berarti dan menguntungkan bagi laboratorium yang telah terakreditasi atau yang akan mengajukan akreditasi. Untuk laboratorium yang sudah memperoleh akreditasi, uji banding antar laboratorium merupakan salah satu cara yang digunakan untuk mengevaluasi unjuk kerja laboratorium pada saat kaji ulang sistem mutu. Sedangkan untuk laboratorium yang belum terakreditasi atau telah terakreditasi untuk lingkup yang berbeda, hasil uji banding antar laboratorium dapat dijadikan dasar untuk memperluas ruang lingkup pengujiannya.

Dalam upaya untuk memperluas lingkup pengujian khususnya analisis unsur di Unit Lingkungan, Lab KKL telah mengikuti uji banding

antar laboratorium sebanyak tiga kali. Pada uji banding laboratorium ketiga adalah penentuan kandungan unsur pada cuplikan bahan makanan. Penyelenggara uji banding adalah laboratorium Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN. Tujuan kegiatan ini bagi Lab. KKL adalah untuk mengetahui kompetensinya dalam melakukan analisis unsur dalam cuplikan bahan makanan dengan metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN). Apabila hasilnya baik, lingkup pengujian analisis unsur tersebut akan diajukan ke Komite Akreditasi Nasional.

Uji banding antar laboratorium dalam penentuan unsur pada berbagai cuplikan dengan metode AAN telah diikuti Lab. KKL sebanyak tiga kali yaitu pada tahun 2007, tahun 2008 dan tahun 2009. Uji banding antar laboratorium pada tahun 2009 diikuti oleh enam laboratorium dalam satuan kerja di lingkungan BATAN yaitu : PTKMR, PTNBR, PTAPB, PATIR, PTBIN dan Pusdiklat.

Dalam makalah ini disajikan cara preparasi, iradiasi cuplikan bahan makanan dan hasil analisis unsur oleh Lab. KKL PTKMR-BATAN. Disamping itu disajikan hasil evaluasi oleh laboratorium penyelenggara dan hasil uji banding seluruh laboratorium peserta.

TEORI

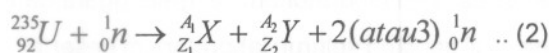
Teknik AAN merupakan salah satu teknik analisis nuklir untuk penentuan unsur yang didasarkan pada pengukuran radioaktivitas imbas yang terbentuk jika suatu inti atom sasaran diiradiasi dengan neutron. Metode AAN memiliki akurasi yang sangat baik, selektif, dapat menentukan unsur secara simultan, batas deteksinya mencapai mikrogram,

serta merupakan teknik yang komplementer dengan teknik non nuklir lainnya seperti *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)* atau *Atomic Absorption Spectrometry (AAS)* [2].

Apabila unsur-unsur stabil dalam cuplikan diiradiasi dengan neutron, ada berbagai reaksi inti yang dapat terjadi. Reaksi yang paling sering terjadi dan yang paling banyak digunakan dalam AAN adalah reaksi neutron-gamma (n, γ) seperti dalam reaksi sesuai Persamaan (1) :



Pemilihan reaksi untuk mengaktifkan cuplikan yang tepat diperlukan fasilitas iradiasi yang bersesuaian. Ada tiga jenis fasilitas iradiasi neutron yaitu : reaktor nuklir, akselerator dan sumber neutron isotopik (*Isotopic Neutron Source*). Pada reaktor nuklir pada umumnya menggunakan bahan bakar uranium, yang mempunyai dua isotop utama yaitu ^{235}U dan ^{238}U . Inti ^{235}U apabila menyerap neutron akan mengalami pembelahan menjadi dua inti baru sambil melepaskan 2 neutron atau 3 neutron seperti reaksi sesuai Persamaan (2) :



Neutron yang dihasilkan langsung dari pembelahan uranium mempunyai energi yang sangat tinggi yang disebut neutron cepat dengan energi diatas 0,1 MeV. Energi neutron tersebut tidak efektif untuk mengiradiasi cuplikan. Untuk mendapatkan neutron dengan energi lebih rendah, dalam reaktor nuklir diperlukan moderator dengan bahan-bahan yang mempunyai berat atom ringan seperti air, air berat (D_2O) dan grafit untuk memperlambat gerakan neutron menjadi

neutron epitermal (0,2 eV – 0,1 MeV) dan neutron termal (di bawah 0,2 eV). Neutron termal tersebut adalah yang paling efektif untuk mengiradiasi cuplikan.

Aktivitas imbas pada cuplikan yang diiradiasi pada reaktor nuklir dihitung dengan Persamaan (3) :

$$A = N \phi \sigma (1 - e^{-0,693.t/T}) \dots\dots\dots (3)$$

Dimana :

A = Aktivitas imbas pada saat iradiasi selesai (Bq).

N = Cacah butir atom nuklida yang diiradiasi.

ϕ = Flux neutron (neutron $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$).

Σ = Tampang serapan neutron (cm^2).

t = Waktu iradiasi

T = Waktu paro nuklida radioaktif hasil iradiasi.

Sedangkan kandungan unsur dalam cuplikan setelah diiradiasi dan dicacah dihitung dengan Persamaan (4) :

$$W_{\text{cuplikan}} = \frac{\text{Cps}_{\text{cuplikan}}}{\text{Cps}_{\text{standar}}} \times W_{\text{standar}} \dots (4)$$

Dimana :

$\text{Cps}_{\text{cuplikan}}$ = Laju cacah bersih cuplikan (cps)

$\text{Cps}_{\text{standar}}$ = Laju cacah bersih SRM 1568a (cps).

W_{cuplikan} = Kandungan unsur dalam cuplikan (mg/kg).

W_{standar} = Kandungan unsur dalam SRM 1568a (mg/kg).

Ketidakpastian pengukuran (*uncertainty*) kandungan unsur dalam cuplikan ($\text{unc } W_{\text{cuplikan}}$) dengan tingkat kepercayaan 68,3 % dihitung dengan Persamaan (5) :

$$unc W_{cuplikan} = W_{cuplikan} \sqrt{\left(\frac{\sigma Cps_{cuplikan}}{Cps_{cuplikan}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma Cps_{standar}}{Cps_{standar}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma W_{standar}}{W_{standar}}\right)^2} \dots\dots\dots (5)$$

Dimana :

$\sigma Cps_{cuplikan}$ = Deviasi standar laju cacah bersih cuplikan.

$\sigma Cps_{standar}$ = Deviasi standar laju cacah bersih standar.

$\sigma W_{standar}$ = Deviasi standar kandungan unsur dalam SRM 1568a.

$$rasio = \frac{nilai_{analisis}}{nilai_{sertifikat}} \dots\dots\dots (7)$$

Rasio adalah perbandingan nilai _{analisis} dari Lab. KKL dengan nilai _{sertifikat} dari SRM 1567a *Wheat Flour* yang digunakan Laboratorium Penyelenggara (PTBIN) untuk menguji nilai _{analisis} dari Lab. KKL dengan Persamaan (8)

$$u_{test} = \frac{|nilai_{sertifikat} - nilai_{analisis}|}{\sqrt{unc_{sertifikat}^2 + unc_{analisis}^2}} \dots\dots\dots (8)$$

u_{tes} adalah perbandingan nilai mutlak dari nilai _{sertifikat} dikurangi nilai _{analisis} dengan akar kuadrat ketidakpastian nilai sertifikat ditambah kuadrat ketidakpastian nilai analisis.

Penilaian Uji Banding Antar Laboratorium

Penilaian uji banding antar laboratorium mengacu pada uji profisiensi yang dilakukan oleh Badan Tenaga Atom Internasional (IAEA) [5-7]. Uji statistik yang digunakan antara lain bias relatif, rasio, U-test, Z score, akurasi dan presisi. Adapun bias relatif dihitung dengan Persamaan (6) :

$$bias\ relatif = \frac{nilai_{analisis} - nilai_{sertifikat}}{nilai_{sertifikat}} \times 100\% \dots (6)$$

Nilai _{analisis} adalah nilai kandungan unsur dalam cuplikan yang dilaporkan oleh Lab. KKL dan nilai _{sertifikat} adalah nilai kandungan unsur dalam cuplikan dari SRM 1567a *Wheat Flour* yang digunakan Laboratorium Penyelenggara (PTBIN) untuk menguji nilai _{analisis} dari Lab. KKL. Untuk rasionya dihitung dengan Persamaan (7).

Kriteria Diterimanya Hasil Pengujian

Hasil pengujian diterima jika akurasi dan presisi kedua-duanya lolos uji. Akurasi adalah kedekatan antara hasil pengukuran dengan nilai yang dianggap benar (*true value*) suatu besaran, sedangkan presisi merupakan kedekatan antara hasil satu pengukuran dengan hasil pengukuran yang lain dari sejumlah besar pengukuran suatu besaran yang dilakukan pada kondisi pengukuran yang sama [8]. Akurasi hasil

Tabel 1. Nilai u-test dan status hasil analisis terhadap nilai sertifikat

No.	Nilai u_{test}	Status hasil analisis terhadap nilai sertifikat
1	$u < 1,64$	Hasil yang dilaporkan tidak beda nyata dari nilai sertifikat
2	$1,95 > u > 1,64$	Hasil yang dilaporkan kemungkinan tidak beda nyata dengan nilai sertifikat
3	$2,58 > u > 1,95$	Tidak jelas beda nyata antara hasil yang dilaporkan dengan nilai sertifikat
4	$3,29 > u > 2,58$	Hasil yang dilaporkan kemungkinan beda nyata dari nilai sertifikat
5	$u > 3,29$	Hasil yang dilaporkan beda nyata dari nilai sertifikat

pengujian lolos uji apabila $A \leq B$, dengan nilai A sesuai Persamaan (9) :

$$A = \left| \text{nilai}_{\text{sertifikat}} - \text{nilai}_{\text{analisis}} \right| \dots\dots (9)$$

A adalah nilai mutlak dari nilai $\text{nilai}_{\text{sertifikat}}$ dikurangi nilai $\text{nilai}_{\text{analisis}}$. B adalah perkalian konstanta 1,95 dengan kuadrat ketidakpastian nilai sertifikat ditambah kuadrat ketidakpastian nilai analisis, seperti Persamaan (10).

$$B = 1,95 \times \sqrt{\text{unc}_{\text{sertifikat}}^2 + \text{unc}_{\text{analisis}}^2} \quad (10)$$

Sedangkan presisi hasil pengujian lolos uji bila $C \leq D$, dengan harga C (Persamaan (11)) dan harha D (Persamaan (12)). Untuk deviasi menggunakan Persamaan (13).

$$C = \sqrt{\left[\left(\frac{\text{unc}_{\text{sertifikat}}}{\text{nilai}_{\text{sertifikat}}} \right)^2 + \left(\frac{\text{unc}_{\text{analisis}}}{\text{nilai}_{\text{analisis}}} \right)^2 \right]} \times 100\% \dots (11)$$

$$D = \sqrt{\left[\left(\frac{\text{unc}_{\text{sertifikat}}}{\text{nilai}_{\text{sertifikat}}} \right)^2 + (\sigma_H)^2 \right]} \times 100\% \dots (12)$$

$$\sigma_H = 0,02 \times c^{0,8495} \dots\dots\dots (13)$$

dimana :

C = Akar dari kuadrat ketidakpastian nilai sertifikat dibagi dengan nilai sertifikat ditambah kuadrat ketidakpastian nilai analisis dibagi nilai analisis dikalikan seratus persen.

D = Akar dari kuadrat ketidakpastian nilai sertifikat dibagi dengan nilai sertifikat ditambah kuadrat deviasi standar berdasarkan rumus Horwitz dikalikan dengan seratus persen.

σ_H = Deviasi standar berdasarkan rumus Horwitz

c = Nilai konsentrasi dari sertifikat.

METODE

Cuplikan bahan makanan dengan kode Lab. 6 yang diterima dari laboratorium PTBIN-BATAN dikocok kemudian dimasukkan dalam mangkok porselin dan ditimbang menggunakan timbangan A & D GH-202. Selanjutnya cuplikan bahan makanan dalam mangkok porselin dimasukkan dalam oven pada suhu 105 °C selama dua jam. Setelah dingin secara alami ditimbang kembali dengan timbangan A & D GH-202 dan ditentukan *moister content*.

Untuk iradiasi pendek, disiapkan lima belas buah vial polietilen volume 0,273 mL (lima buah untuk cuplikan bahan makanan, lima buah untuk (*Standard Reference Material 1568a Rice Flour = SRM 1568a*) dan lima buah untuk blanko), masing-masing diberi kode dan ditimbang menggunakan timbangan A & D GH-202. Cuplikan bahan makanan dan SRM 1568a dengan massa masing-masing sekitar 299 mg dimasukkan ke dalam sepuluh vial polietilen dengan kode yang berbeda. Selanjutnya ditimbang untuk mendapatkan massa cuplikan dan massa SRM 1568a sebenarnya dan empat vial blanko yang lain dilakukan dengan cara yang sama seperti tersebut di atas.

Untuk iradiasi menengah, disiapkan tujuh buah vial polietilen volume 0,273 mL (lima buah untuk cuplikan bahan makanan, satu buah untuk SRM 1568a dan satu buah untuk blanko), masing-masing diberi kode dan ditimbang menggunakan timbangan A & D GH-202. Cuplikan bahan makanan dan

SRM 1568a dengan massa masing-masing sekitar 699 mg dimasukkan ke dalam sepuluh *vial* polietilen dengan kode yang berbeda. Selanjutnya ditimbang untuk mendapatkan massa cuplikan dan massa SRM 1568a sebenarnya.

Untuk iradiasi panjang, disiapkan tujuh buah *vial* polietilen volume 0,273 mL (lima buah untuk cuplikan, satu buah untuk SRM 1568a dan satu buah untuk blanko), masing-masing diberi kode dan ditimbang menggunakan timbangan seperti di atas. Cuplikan bahan makanan dengan masa sekitar 1,253 mg dimasukkan ke dalam masing-masing *vial* polietilen sebanyak lima buah dan SRM 1568a dengan massa yang sama dengan cuplikan dimasukkan dalam satu buah *vial* polietilen. Selanjutnya ditimbang untuk mendapatkan massa cuplikan dan masa SRM 1568a sebenarnya.

Untuk iradiasi pendek, 1 *vial* berisi cuplikan bahan makanan, satu *vial* berisi SRM 1568a dan satu *vial* blanko dimasukkan dalam kapsul polietilen kemudian diiradiasi pada *Rabbit System RS-3* Reaktor Serbaguna G.A. Siwabessy selama 1 menit. *Vial* cuplikan, SRM 1568a dan blanko masing-masing langsung dicacah pada spektrometer gamma dengan detektor HPGe selama 5 menit. Untuk empat *vial* berisi cuplikan, empat *vial* berisi SRM 1568a.

Untuk iradiasi menengah, lima *vial* berisi cuplikan, satu *vial* berisi SRM 1568a dan satu *vial* blanko dimasukkan dalam kapsul polietilen kemudian diiradiasi pada *Rabbit System RS-3* Reaktor Serbaguna G.A. Siwabessy selama 20 menit. Setelah didiamkan selama 5 jam, lima

vial berisi cuplikan, satu *vial* berisi SRM 1568a dan satu *vial* blanko dicacah pada spektrometer gamma dengan detektor HPGe masing-masing selama 20 menit.

Untuk iradiasi panjang, lima *vial* berisi cuplikan, satu *vial* berisi SRM 1568a dan satu *vial* blanko dimasukkan dalam kapsul polietilen kemudian diiradiasi pada *Rabbit System RS-3* Reaktor Serbaguna G.A. Siwabessy selama 2 jam. Setelah didiamkan selama 3 hari, lima *vial* berisi cuplikan, satu *vial* berisi SRM 1568a dan satu *vial* blanko dicacah pada spektrometer gamma dengan detektor HPGe selama 20 menit.

Selanjutnya hasil cacahan dari *vial* berisi cuplikan, *vial* berisi SRM 1568a dan *vial* blanko pada iradiasi pendek, iradiasi menengah dan iradiasi panjang dianalisis kandungan unsurnya dan ketidakpastian pengukuran menggunakan Persamaan 3 dan Persamaan 4. Hasil analisis dilaporkan ke penyelenggara uji banding antar laboratorium yaitu laboratorium PTBIN untuk dievaluasi unsur-unsur yang dilaporkan memenuhi kriteria uji atau tidak.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis kandungan unsur dalam cuplikan bahan makanan yang dilakukan oleh Lab. KKL PTKMR-BATAN disajikan pada Tabel 2. Dari lima kali pengukuran pada lima cuplikan bahan makanan yang sama, empat cuplikan C1, C2, C3 dan C4 dilaporkan ke laboratorium penyelenggara dan satu cuplikan C5 tidak dilaporkan karena nilai unsur hasil analisis pada cuplikan C5 jauh diatas rata-rata dibandingkan dengan cuplikan C1, C2, C3 dan C4.

Dari empat cuplikan yang dilaporkan diperoleh 9 unsur yaitu : Al, K, Mn, Na, Ca, Cu, Fe, Se dan Zn, sedangkan satu unsur yaitu Mg tidak dilaporkan. Ada beberapa unsur yang tidak dapat dianalisis yaitu unsur Al pada cuplikan C3, unsur Mn pada cuplikan C1 dan C4, unsur Ca pada cuplikan C1, unsur Fe pada cuplikan C1 dan C2 serta unsur Se pada cuplikan C4, karena pada saat cuplikan bahan makanan dicacah tidak muncul puncak (*peak*) pada unsur yang dianalisis. Hal ini mungkin disebabkan waktu tunda pada saat pencacahan cuplikan sampel makanan terlalu lama akibat menunggu pencacahan cuplikan standar khususnya pada iradiasi pendek atau *dead time* (waktu mati) detektor diatas 10 % sehingga *peak* yang kecil tertutup dengan *peak* yang besar.

Nilai *moister content* pada cuplikan bahan makanan adalah $(0,233 \pm 0,005)$ %, sedangkan kuantitas cuplikan bahan makanan pada iradiasi pendek $(0,0299 \pm 0,0073)$ g, iradiasi menengah $(0,0669 \pm 0,0046)$ g dan iradiasi panjang adalah $(0,1253 \pm 0,0078)$ g. Nilai ini menunjukkan bahwa kandungan uap air dalam cuplikan sangat rendah karena kurang dari 1 %.

Perbandingan hasil yang dilaporkan Lab. 06 (Lab. KKL PTKMR-BATAN) dengan nilai sertifikat *SRM 1567a Wheat Flour* yang dievaluasi oleh laboratorium penyelenggara uji banding antar laboratorium (PTBIN-BATAN) disajikan pada Tabel 3. Nilai bias relatif antara 3,6 % hingga 279,7 % terkecil pada unsur K dan terbesar pada unsur Mn. Pada beberapa unsur memiliki bias relatif diatas 10 % yaitu pada unsur Al, Mn, Na, Ca, Cu, Fe, Se dan Zn.

Nilai bias relatif unsur Mn sangat besar yaitu 279,7 %. Hal ini terjadi karena antara nilai unsur pada sertifikat dengan nilai hasil analisis mempunyai perbedaan yang sangat besar yang disebabkan kemungkinan adanya kontaminasi pada saat preparasi sampel atau energi puncak Mn-56 yaitu 846,8 KeV yang dipilih pada saat analisis tumpang tindih dengan energi puncak Mg-27 yaitu 843,8 KeV.

Nilai *u-test* berkisar antara 1,03 sampai 14,24 dengan nilai terkecil pada unsur Se dan terbesar pada unsur Ca. Nilai *u-test* > 3,29 (hasil yang dilaporkan beda nyata dari nilai sertifikat) adalah pada unsur Mn, Na, Ca dan Fe, nilai *u-test* $2,58 > u > 1,95$ (tidak jelas beda

Tabel 2. Kandungan unsur dalam cuplikan bahan makanan yang dianalisis di Lab. KKL PTKMR-BATAN

Unsur	Cuplikan Bahan makanan (mg/kg)									
	C1	unc	C2	unc	C3	unc	C4	unc	Rerata	unc
Al	9,60	7,16	7,16	0,77	-	-	9,86	1,08	8,87	1,02
K	1297,82	17,90	1272,93	18,33	1308,90	17,90	1249,10	22,84	1282,19	19,02
Mg	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Mn	-	-	35,75	5,06	35,63	5,05	-	-	35,69	5,05
Na	8,25	0,19	13,40	0,28	7,48	0,18	8,07	0,19	9,30	0,20
Ca	-	-	59,28	8,39	58,77	8,32	88,93	12,59	59,03	8,36
Cu	2,08	0,10	2,22	0,10	2,17	0,10	1,79	0,09	1,72	0,10
Fe	-	-	-	-	5,90	0,83	7,35	1,04	6,62	0,92
Se	0,88	0,12	0,71	0,10	0,98	0,14	-	-	0,86	0,12
Zn	10,56	1,12	12,76	1,24	17,23	2,21	19,66	2,30	15,05	1,47

Catatan unc = ketidakpastian

nyata antara hasil yang dilaporkan dengan nilai sertifikat) adalah pada unsur Al dan Zn, dan nilai *u-test* $u < 1,64$ (hasil yang dilaporkan tidak beda nyata dari nilai sertifikat) adalah pada unsur K dan Se. Nilai rasio berkisar dari 0,31 sampai 3,80 dengan nilai terkecil pada unsur Ca dan terbesar pada unsur Mn. Pada umumnya nilai rasio kurang dari atau lebih dari satu, karena perbedaan nilai dari analisis dengan nilai pada sertifikat cukup besar.

Unsur Mg pada cuplikan bahan makanan tidak dilaporkan dalam uji banding laboratorium ke-3 karena hasil analisis kurang meyakinkan. Hal ini terjadi karena *net area* Mg pada energi 843,76 KeV tumpang tindih dengan *net area* Mn pada energi 846,76 KeV, sehingga sulit dipisahkan. Untuk memisahkan *net area* yang tumpang tindih diperlukan perangkat lunak (*software*) khusus.

Tabel 3. Perbandingan hasil Laboratorium Keselamatan, Kesehatan dan Lingkungan PTKMR-BATAN terhadap SRM 1567a Wheat Flour

No.	Unsur	Sertifikat (mg/kg)		Hasil Lab. KKL PTKMR-BATAN (mg/kg)		Bias Relatif (%)	u-test Score	RASIO [Hasil/Sertifikat]
		Nilai	Unc	Nilai	Unc			
Kategori A :								
1	Al	5,7	1,3	8,87	1,02	55,6	1,99	1,55
2	K(%)	0,133	0,003	0,128	0,002	3,6	1,35	0,96
3	Mg(%)	0,040	0,002	-	-	-	-	-
4	Mn	9,4	0,9	5,7	5,1	279,7	5,13	3,80
5	Na	6,1	0,8	9,3	0,2	52,5	3,88	1,52
Kategori B :								
1	Ca(%)	0,0191	0,0004	0,00590	0,00084	69,1	14,24	0,31
2	Cu	2,1	0,2	1,7	0,1	18,1	1,70	0,82
3	Fe	14,1	0,5	6,6	0,9	53,0	7,14	0,47
4	Se	1,1	0,2	0,9	0,1	21,8	1,03	0,78
5	Zn	11,6	0,4	15,1	1,5	29,7	2,26	1,3

Unc = uncertainty

Tabel 4. Hasil evaluasi kriteria presisi dan akurasi oleh laboratorium penyelenggara menggunakan SRM 1567a Wheat Flour

No.	Unsur	Kriteria Akurasi			Kriteria Presisi			Status Akhir
		A	B	Status	C	D	Status	
Kategori A								
1	Al	3,17	3,22	Lulus	25,5	25,6	Lulus	Diterima
2	K	0,005	0,007	Lulus	2,7	11,1	Lulus	Diterima
3	Mg	-	-	-	-	-	-	-
4	Mn	26,29	10,00	Tidak lulus	17,1	13,4	Tidak lulus	Tidak diterima
5	Na	3,20	1,61	Tidak lulus	13,3	17,4	Lulus	Tidak diterima
Kategori B								
1	Ca	0,013	0,002	Tidak lulus	14,3	17,4	Lulus	Tidak diterima
2	Cu	0,38	0,44	Lulus	11,2	17,6	Lulus	Diterima
3	Fe	7,48	2,04	Tidak lulus	14,3	12,5	Tidak lulus	Tidak diterima
4	Se	0,24	0,45	Lulus	22,9	24,5	Lulus	Diterima
5	Zn	3,45	2,97	Tidak lulus	10,4	11,2	Lulus	Tidak diterima

Hasil evaluasi kriteria akurasi dan presisi oleh laboratorium penyelenggara disajikan pada Tabel 4.

Evaluasi dilakukan dengan cara membandingkan hasil analisis peserta dengan sertifikat *SRM 1567a Wheat Flour*. Dalam kriteria akurasi yang lolos uji adalah empat unsur yaitu Al, K, Cu dan se, dan dalam kriteria presisi yang lolos uji adalah tujuh unsur yaitu Al, K, Na, Ca, Cu, Se dan Zn. Status akhir hasil evaluasi diperoleh empat unsur diterima yaitu Al, K, Cu dan Se dan lima unsur tidak diterima yaitu Mn, Na, Ca, Fe dan Zn.

Hasil uji banding antar laboratorium AAN ke-1, ke-2 dan ke-3 yang diikuti Lab. KKL disajikan pada Tabel 5. Jumlah unsur yang lolos uji (diterima) pada uji banding antar laboratorium ke-3 lebih baik dibandingkan dengan hasil uji banding antar laboratorium ke-1 akan tetapi

berkurang dibandingkan dengan hasil uji banding antar laboratorium ke-2. Hasil uji banding cenderung meningkat pada cuplikan dengan kandungan unsur tinggi (pada uji banding antar laboratorium ke-2) dan menurun untuk kandungan unsur yang sangat rendah (pada uji banding laboratorium ke-3).

Pada cuplikan dengan kandungan unsur sangat rendah diperlukan preparasi penimbangan massa cuplikan yang sesuai dengan waktu irradiasi mengingat waktu irradiasi di reaktor Serbaguna G. A. Siwabessy yang paling pendek adalah satu menit. Apabila massa cuplikan terlalu sedikit dan waktu irradiasi satu menit akan dihasilkan cacahan yang rendah sehingga cuplikan bahan makanan tidak terdeteksi karena biasanya dicacah setelah pencacahan *SRM*. Apabila massa cuplikan terlalu banyak dan waktu irradiasi satu menit akan dihasilkan *dead*

Tabel 5. Hasil uji banding antar laboratorium AAN ke-1, ke-2 dan ke-3

No	Uji Banding I (Tahun 2007) Cuplikan Abu Terbang		Uji Banding II (Tahun 2008) Cuplikan Sedimen		Uji Banding III (Tahun 2009) Cuplikan Bahan Makanan	
	Unsur	Hasil	Unsur	Hasil	Unsur	Hasil
1	Al	X	Al	□	Al	□
2	K	-	As	X	K	□
3	Mg	-	Mg	□	Mg	-
4	Mn	X	Mn	□	Mn	X
5	Na	□	Co	□	Na	X
6	Ca	X	Ca	X	Ca	X
7	Si	X	Cu	-	Cu	□
8	Fe	□	Fe	X	Fe	X
9	Cr	X	Cr	□	Se	□
10	Sr	X	Zn	X	Zn	X
11	Ba	-	V	□		
P (%)	X	82		91		90
K(%)		22		60		44

Keterangan

□ = diterima, X = tidak diterima, -- = tidak dilaporkan, P = Jumlah hasil yang dilaporkan dan K = Keberterimaan hasil yang dilaporkan

Tabel 6. Hasil uji banding antar laboratorium seluruh laboratorium peserta

No	Unsur	Lab. 01	Lab. 02	Lab. 03	Lab. 04	Lab. 05	Lab. 6 (Lab. KKL)	P(%)	K(%)
Kategori A									
1	Al	-	□	□	□	X	□	83	80
2	K	X	-	□	□	X	□	100	50
3	Mg	-	□	□	□	X	-	67	75
4	Mn	X	□	□	□	X	X	100	50
5	Na	X	-	□	□	□	X	83	60
Kategori B									
1	Ca	-	□	□	□	-	X	67	75
2	Cu	□	-	-	-	X	□	50	67
3	Fe	X	□	□	□	X	X	100	50
4	Se	-	□	□	□	X	□	83	80
5	Zn	□	□	□	□	□	X	100	83
P (%)		60	80	90	90	90	90		
K(%)		33	88	100	100	22	44		

Keterangan :

□ = diterima, X = tidak diterima, - = tidak dilaporkan, P = Jumlah hasil yang dilaporkan dan K = Keberterimaan hasil yang dilaporkan

time (waktu mati detektor) yang besar sehingga dihasilkan *net area* yang tumpang tindih dengan energi yang berdekatan dan menyulitkan analisis.

Disamping pada uji banding laboratorium ke-3 kandungan unsur dalam cuplikan sangat rendah, nama cuplikan bahan makanan bersifat umum dan sengaja dirahasiakan oleh penyelenggara uji banding sehingga menyulitkan pemilihan SRM yang digunakan sebagai pembanding dalam menentukan kandungan unsur pada cuplikan. SRM yang digunakan sebagai pembanding dalam evaluasi oleh laboratorium penyelenggara adalah SRM 1567a *Wheat Flour* sementara Lab. KKL menggunakan SRM 1568a *Rice Flour* sebagai pembanding. Antara SRM 1567a *Wheat Flour*, SRM 1568a *Rice Flour* dan cuplikan bahan makanan secara fisik dan warna sulit dibedakan sehingga kemungkinan keliru dalam memilih SRM menjadi sangat besar. Kekeliruan dalam memilih SRM mengakibatkan

hasil uji banding antar laboratorium yang diikuti Lab. KKL menjadi menurun dibandingkan dengan tahun sebelumnya.

Hasil uji banding antar laboratorium seluruh laboratorium peserta disajikan pada Tabel 6. Dari tabel tersebut terlihat bahwa Lab. 06 (Lab KKL PTKMR-BATAN) memperoleh hasil uji banding antar laboratorium pada urutan keempat setelah Lab 03, Lab 04 dan Lab 02 dengan jumlah unsur yang diterima empat buah yaitu Al, K, Cu dan Se atau keberterimaan hasil yang dilaporkan 44 %. Dari tiga kali hasil uji banding antar laboratorium dalam menentukan kandungan unsur dalam berbagai cuplikan dengan metode analisis aktivasi neutron yang telah diikuti, menunjukkan bahwa Lab. KKL mempunyai kompetensi yang cukup baik namun harus terus ditingkatkan khususnya untuk cuplikan dengan kadar yang sangat rendah. Apabila kegiatan uji banding antar laboratorium

ini diikuti secara rutin, maka Lab. KKL akan dapat meningkatkan kompetensinya dalam menganalisis unsur.

KESIMPULAN

Hasil uji banding antar laboratorium yang dilaporkan Lab. KKL PTKMR-BATAN adalah 9 unsur dengan 4 unsur diterima (Al, K, Cu dan Se) dan 5 unsur tidak diterima (Mn, Na, Ca, Fe dan Zn). Ada kecenderungan kenaikan terhadap hasil uji banding khususnya untuk cuplikan dengan kandungan unsur tinggi dan perlu perbaikan untuk cuplikan dengan kandungan unsur sangat rendah. Jumlah unsur yang lolos uji pada uji banding laboratorium ke-3 berkurang dibandingkan dengan uji banding laboratorium sebelumnya, karena kandungan unsur dalam cuplikan bahan makanan yang dianalisis sangat rendah.

DAFTAR PUSTAKA

1. International Standard Organization, ISO/IEC 12705 : 2005, Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi, Edisi kedua 15-05-2005 Versi Bahasa Indonesia, Komite Akreditasi Nasional.
2. Muhayatun. 2007. Uji Profisiensi. *Diktat Pelatihan Validasi Metode Analisis Aktivasi Neutron K_o*, Pusdiklat-BATAN, Jakarta
3. W Susetyo. 1988. *Spektrometri Gamma dan Penerapannya Dalam Analisis Pengaktifan Neutron*. Gajah Mada University Press, Yogyakarta
4. JE Martin. 2000. *Physics For Radiation Protection*, John Wiley & Sons, Inc., New York
5. S Yusuf, Rukihati dan I Kuntoro. 2008. Evaluasi Uji Banding Antar Laboratorium AAN Terhadap Cuplikan Lingkungan. *Prosiding Seminar Nasional AAN 2008*.
6. International Standard Organization. 2000. Certification of Reference Material General and Statistical Principles. Guide 35, Rev 1.
7. International Atomic Energy Agency, Analytical Quality Control Services. 2003. *Summary Report of the Proficiency Test for the IAEA Project RAS/2/020: Quality Assurance and Quality Control of Nuclear Analytical Techniques*, Seibersdorf, Austria,
8. N Marnada. 2007. *Introduksi Estimasi Ketidakpastian Pengukuran*. *Diktat Pelatihan Fungsional Pranata Nuklir Ahli*, Pusdiklat-BATAN, Jakarta