

ESTIMASI KETIDAKPASTIAN ANALISIS AKTIVASI NEUTRON PADA PENENTUAN UNSUR Zn DALAM CUPLIKAN MAKANAN

Endah Damastuti, Muhayatun dan Diah Dwiana L.

Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri – BATAN, Jl. Tamansari No 71, Bandung 40132

ABSTRAK

ESTIMASI KETIDAKPASTIAN ANALISIS AKTIVASI NEUTRON PADA PENENTUAN UNSUR Zn DALAM CUPLIKAN MAKANAN. Selain untuk memenuhi persyaratan sistem mutu ISO/IEC 17025 : 2005, estimasi ketidakpastian pengukuran perlu dilakukan untuk meningkatkan kualitas dan tingkat kepercayaan hasil analisis serta untuk menetapkan ketertelusuran hasil analisis terhadap satuan internasional. Analisis aktivasi neutron merupakan teknik analisis utama yang digunakan di Laboratorium Teknik Analisis Radiometri dan termasuk dalam ruang lingkup akreditasi ISO/IEC 17025 : 2005 sehingga estimasi ketidakpastian perlu dilakukan untuk teknik analisis tersebut. Kontribusi ketidakpastian berasal dari kegiatan preparasi cuplikan dan standar, iradiasi dan pengukuran dengan spektrometri gamma. Komponen-komponen kontributor ketidakpastian dijelaskan secara terinci. Dengan mengambil tingkat kepercayaan 95% (faktor cakupan=2) diperoleh ketidakpastian baku yang diperluas sebesar 4,0 mg/kg dan konsentrasi unsur Zn yang diperoleh sebesar 25,1 mg/kg. Kontribusi ketidakpastian gabungan terbesar berasal dari statistika pencacahan cuplikan dan standar. Estimasi ketidakpastian yang dilakukan diharapkan dapat meningkatkan kualitas hasil analisis dan dapat diterapkan lebih lanjut pada jenis cuplikan lainnya.

Kata kunci: ketidakpastian, statistika pencacahan, AAN, ketertelusuran

ABSTRACT

UNCERTAINTY ESTIMATION OF NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS IN ZINC ELEMENTAL DETERMINATION IN FOOD SAMPLES. Beside to completed the requirements of international standar of ISO/IEC 17025:2005, uncertainty estimation should be done to increase quality and confidence of analysis results and also to establish traceability of the analysis results to SI unit. Neutron activation analysis is a major technique used by Radiometry technique analysis laboratory and is included as scope of accreditation under ISO/IEC 17025:2005, therefore uncertainty estimation of neutron activation analysis is needed to be carried out. Sample and standard preparatio as well as, irradiation and measurement using gamma spektrometry were the main activities which could give contribution to uncertainty. The components of uncertainty sources were specifically explained. The result of expanded uncertainty was 4,0 mg/kg with level of confidence 95% (coverage faktor=2) and Zn concentration was 25,1 mg/kg. Counting statistic of cuplikan and standard were the major contribution of combined uncertainty. The uncertainty estimation was expected to increase the quality of the analysis results and could be applied further to other kind of samples.

Key words : uncertainty, counting statistic, NAA, traceability

1. PENDAHULUAN

Banyak keputusan penting dibuat berdasarkan hasil analisis kimia kuantitatif, sebagai contoh, untuk memeriksa spesifikasi

suatu bahan atau menentukan nilai suatu bahan masih berada dalam ambang batas kandungan suatu unsur menurut undang-undang. Ketika suatu keputusan dibuat berdasarkan hasil analisis, maka kualitas hasil analisis tersebut

merupakan hal yang sangat penting. Untuk itu, suatu laboratorium kimia analisis harus dapat menjamin bahwa hasil analisis yang diperoleh sesuai dengan tujuan yang dimaksud dan memenuhi kualitas yang dipersyaratkan. Standar internasional ISO/IEC 17025 secara khusus mempersyaratkan hal tersebut dan ketidakpastian pengukuran merupakan salah satu persyaratan yang perlu diimplementasikan pada suatu laboratorium analisis untuk meningkatkan tingkat kepercayaan dan menetapkan ketertelusuran hasil analisis terhadap satuan internasional (SI) [1,2].

Laboratorium pengujian Teknik Analisis Radiometri (Lab. TAR) telah terakreditasi ISO/IEC 17025 sehingga estimasi ketidakpastian pengukuran perlu dilakukan. Dalam melakukan kegiatannya, laboratorium TAR menggunakan teknik analisis aktivasi neutron (AAN) sebagai metode analisis yang utama, sehingga estimasi ketidakpastian pengukuran teknik AAN perlu dilakukan. Proses estimasi ketidakpastian pengukuran meliputi pernyataan tentang apa yang diukur, identifikasi sumber ketidakpastian, estimasi masing-masing komponen ketidakpastian, perhitungan ketidakpastian gabungan baku dan ketidakpastian gabungan yang diperluas. Pada kegiatan ini, estimasi ketidakpastian pengukuran akan diaplikasikan pada analisis unsur Zn dalam cuplikan makanan menggunakan teknik analisis aktivasi neutron. Hasil estimasi ketidakpastian yang diperoleh diharapkan dapat meningkatkan kualitas hasil analisis dan dapat diterapkan lebih lanjut pada jenis cuplikan lainnya.

2. TEORI

Ketidakpastian pengukuran adalah suatu parameter yang menetapkan rentang nilai dimana di dalam rentang tersebut diperkirakan ada nilai benar yang diukur [1,3-4]. Langkah-langkah yang perlu dilakukan untuk mengestimasi ketidakpastian adalah [1-4]:

2.1. Menetapkan apa yang akan diukur

Langkah ini merupakan pernyataan secara gamblang mengenai apa yang akan diukur

2.2. Mengidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian

Yaitu sumber-sumber yang memberikan kontribusi ketidakpastian, pada setiap langkah

proses analisis.

2.3. Mengkuantifikasi komponen ketidakpastian

Langkah ini dilakukan dengan mengestimasi besarnya ketidakpastian dari masing-masing komponen yang telah diidentifikasi. Terdapat dua kategori komponen ketidakpastian yakni:

- Tipe A yaitu ketidakpastian berdasarkan pekerjaan eksperimental dan dihitung dari rangkaian berulang.
- Tipe B yaitu ketidakpastian berdasarkan informasi/data yang dapat dipercaya, contoh: sertifikat.

Ketidakpastian baku (μ) untuk tipe A diperoleh melalui persamaan :

$$\mu = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (1)$$

dimana: s adalah simpangan baku dan n adalah jumlah pengamatan. Sedangkan untuk ketidakpastian baku tipe B, simpangan baku adalah ketidakpastian itu sendiri, namun perlu dikoreksi terhadap distribusi probabilitas nilai tersebut.

- untuk distribusi normal dengan tingkat kepercayaan 95%,

$$\mu(x) = s / 2 \quad (2)$$

- untuk distribusi normal dengan tingkat kepercayaan 99%,

$$\mu(x) = s / 3 \quad (3)$$

- untuk distribusi *rectangular*,

$$\mu(x) = s / \sqrt{3} \quad (4)$$

- untuk distribusi *triangular*,

$$\mu(x) = s / \sqrt{6} \quad (5)$$

Distribusi probabilitas adalah normal bila sebaran data mengikuti bentuk kurva Gauss dengan nilai rata-rata berada di tengah kurva [4]. Distribusi *rectangular* adalah bila suatu rentang nilai memiliki probabilitas yang sama [5]. Distribusi *triangular* adalah bila suatu sebaran data memiliki rentang dimana terdapat satu nilai

yang merupakan nilai terbanyak (modus) [6]. Dalam mengestimasi ketidakpastian, perlu diketahui distribusi probabilitas dari suatu nilai, namun bila suatu data tidak diketahui distribusi probabilitasnya ataupun tidak disertai dengan keterangan mengenai tingkat kepercayaan suatu nilai, maka distribusi *rectangular* dapat digunakan.

2.4. Menghitung ketidakpastian gabungan dari ketidakpastian baku masing-masing komponen.

Dua aturan dalam menghitung ketidakpastian gabungan adalah [4]:

- Aturan 1. Untuk suatu model yang melibatkan penjumlahan atau selisih, contoh $y=a+b+c+\dots$, maka ketidakpastian gabungannya (μ_c) adalah :

$$\mu_c = \sqrt{\mu(a)^2 + \mu(b)^2 + \dots} \quad (6)$$

dimana $\mu(a)$ adalah ketidakpastian baku dari komponen a, $\mu(b)$ adalah ketidakpastian baku dari komponen b.

- Aturan 2. Untuk suatu model yang melibatkan perkalian atau pembagian, contoh $y = a \times b \times c \times \dots$ atau $y = a/(b \times c \times \dots)$, maka ketidakpastian gabungan μ_c adalah:

$$\mu_c = y \sqrt{\frac{\mu(a)^2}{a^2} + \frac{\mu(b)^2}{b^2} + \dots} \quad (7)$$

dimana $(\mu(a)/a)$ merupakan ketidakpastian suatu komponen a yang dinyatakan sebagai simpangan baku relatif.

Perhitungan ketidakpastian gabungan harus memperhatikan satuan komponen ketidakpastian. Bila satuannya sama maka aturan 1 dapat digunakan, sedangkan untuk satuan yang tidak sama digunakan aturan 2.

2.5. Menghitung ketidakpastian yang diperluas.

Tahap terakhir adalah mengalikan ketidakpastian gabungan dengan faktor cakupan yang dikehendaki hingga diperoleh ketidakpastian yang diperluas, melalui persamaan [1-4]:

$$U = k \times \mu_c \quad (8)$$

dimana U adalah ketidakpastian yang diperluas, k adalah faktor cakupan (k=2 untuk tingkat kepercayaan 95%, k=3 untuk tingkat kepercayaan 99%) dan μ_c adalah ketidakpastian baku gabungan.

Pada kegiatan ini, digunakan teknik analisis aktivasi neutron metode relatif. Pada metode relatif AAN, cuplikan yang tidak diketahui diiradiasi bersama dengan standar dari suatu unsur yang akan dianalisis, konsentrasi unsur dalam cuplikan dapat ditentukan melalui persamaan [2]:

$$C = \frac{m \cdot A_u \cdot e^{\lambda(t_u - t_s)}}{M \cdot A_s} \quad (9)$$

dengan :

- M : massa unsur dalam standar
- M : massa cuplikan
- A_u : aktivitas dari cuplikan
- A_s : aktivitas standar
- t_u : waktu luruh cuplikan
- t_s : waktu luruh standar
- Λ : konstanta peluruhan, dimana

$$\lambda = \frac{\ln 2}{t_{1/2}}$$

(dengan $t_{1/2}$ adalah umur paro unsur)

Komponen-komponen ketidakpastian dalam analisis unsur menggunakan teknik analisis aktivasi neutron metode relatif digambarkan dalam *cause and effect diagram* pada Gambar 1 [7].

3. TATA KERJA

3.1 Bahan dan Peralatan

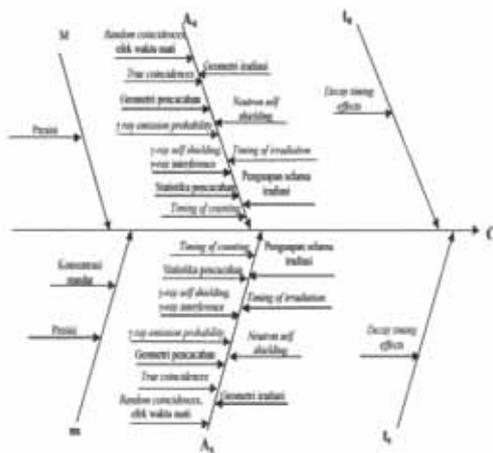
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah standar Zn tritisol E-Merck, bahan acuan standar NIST 1548a *Typical Diet*. Pereaksi yang digunakan HNO_3 65% p.a E-Merck. Peralatan yang digunakan ialah seperangkat spektrometer sinar γ multi saluran HPGe Canberra, fasilitas iradiasi *Rabbit System* Reaktor G.A. Siwabessy Serpong, pengering vakum, *vial* polietilen serta peralatan penunjang lainnya. Untuk menghindari kontaminasi unsur logam, penggunaan peralatan yang terbuat dari unsur logam dihindari.

3.2 Preparasi cuplikan

Sejumlah kira-kira 50 mg SRM 1548a Typical Diet ditimbang dan dikeringkan dengan cara pengeringan vakum pada suhu kurang dari 25°C selama 24 jam hingga diperoleh bobot konstan. Cuplikan ditempatkan dalam vial polietilen lalu *diseal* dengan cara pemanasan. Cuplikan siap diiradiasi.

3.3 Pembuatan larutan standar

Larutan standar stok Zn dibuat dengan melarutkan standar Tritisol Zn dalam labu ukur 250 mL dengan air suling hingga diperoleh konsentrasi larutan standar stok Zn 4000 µg/mL. Sebanyak 1 mL larutan standar stok Zn 4000 µg/mL diencerkan dengan air suling hingga diperoleh konsentrasi 40 µg/mL. Dari larutan ini, diambil 25 mL dan diencerkan dengan air suling hingga diperoleh konsentrasi 10 µg/mL. Selanjutnya 100 µL larutan standar Zn dengan konsentrasi 10 µg/mL diteteskan ke dalam vial polietilen dan dikeringkan menggunakan lampu infra merah. Konsentrasi standar Zn menjadi 1 µg/mL.



Gambar 1. Cause and Effect Diagram AAN

3.4 Iradiasi dan pengukuran cuplikan

Iradiasi dilakukan menggunakan fasilitas *Rabbit System* di Reaktor G.A. Siwabessy Serpong pada daya 15 MW selama 1 jam. Cuplikan diiradiasi bersama dengan standar, dengan posisi saling berdekatan. Cuplikan yang telah diiradiasi, didinginkan selama kurang lebih 1 bulan kemudian dicacah menggunakan

spektrometer gamma HPGe, selama 3000 detik pada energi 1115,52 keV, spektrum diolah dengan *software* Genie-2000.

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada kegiatan ini dilakukan estimasi ketidakpastian untuk analisis unsur Zn dalam cuplikan makanan. Estimasi ketidakpastian dilakukan secara sistematis sesuai dengan langkah-langkah seperti yang tertera pada subbab teori.

4.1. Penetapan/ Pernyataan mengenai apa yang akan diukur.

Yang diukur adalah kadar unsur Zn (%w/w) dalam cuplikan makanan (SRM NIST 1548a *Typical Diet*) menggunakan AAN metode relatif.

4.2. Identifikasi sumber-sumber ketidakpastian.

Sumber-sumber ketidakpastian yang dapat memberikan kontribusi nyata terdiri dari tiga kegiatan utama yaitu preparasi cuplikan dan standar, iradiasi, dan pengukuran menggunakan spektrometer gamma [7]. Komponen-komponen ketidakpastian dijabarkan sebagai berikut:

4.2.1. Preparasi cuplikan dan standar

- Penimbangan berat cuplikan (μ_{1a})
- Konsentrasi dan kemurnian standar (μ_{1b})
- Pelarutan standar (μ_{1c})

4.2.2. Iradiasi

- Perbedaan geometri iradiasi (μ_{2a})
- Neutron self shielding* (μ_{2b})
- Durasi waktu iradiasi (μ_{2c})
- Penguapan selama iradiasi (μ_{2d})

4.2.3. Pengukuran dengan spektrometri sinar gamma

- Statistik pencacahan (μ_{3a})
- Geometri pencacahan (μ_{3b})
- Random coincidences* (μ_{3c})
- True coincidences* (μ_{3d})
- Efek waktu mati (μ_{3e})
- Efek waktu luruh (μ_{3f})
- Selang waktu pencacahan (μ_{3g})
- Gamma ray self shielding* (μ_{3h})
- Gamma ray interference* (μ_{3i})

j. Probabilitas emisi sinar gamma (μ_{3j})

4.3. Kuantifikasi ketidakpastian masing-masing komponen

4.3.1. Preparasi cuplikan dan standar

- Penimbangan cuplikan
Penentuan estimasi ketidakpastian penimbangan cuplikan meliputi presisi penimbangan 0,05 g cuplikan yang diperoleh dari 10 kali pengulangan penimbangan, kalibrasi, dan daya baca neraca yang diperoleh dari sertifikat kalibrasi neraca [2]. Nilai ketidakpastian gabungan dari penimbangan cuplikan dijelaskan pada Tabel 1. Ketidakpastian presisi pada Tabel 1 diperoleh dari hasil kalibrasi internal neraca dengan cara penimbangan berulang. Data yang dihasilkan memiliki distribusi normal, dengan demikian faktor koreksi 1 digunakan. Ketidakpastian daya baca dan kalibrasi diperoleh dari sertifikat kalibrasi.

Tabel 1. Ketidakpastian gabungan dari penimbangan cuplikan

Sumber Unc.	s (g)	Faktor koreksi	μ (g)
presisi	0,00025	1	$2,5 \times 10^{-4}$
daya baca	0,00010	$1/\sqrt{3}$	$5,77 \times 10^{-5}$
kalibrasi	0,00079	2/2	8×10^{-4}
Ketidakpastian gabungan (μ_{1a})			$8,46 \times 10^{-4}$

Data daya baca tidak diketahui distribusinya sehingga digunakan asumsi distribusi *rectangular*, sedangkan hasil kalibrasi mencantumkan tingkat kepercayaan 95% sehingga ketidakpastian yang tercantum dalam sertifikat harus dibagi 2 terlebih dahulu dan dikalikan kembali dengan faktor 2 karena penimbangan dilakukan dengan selisih berat.

- Konsentrasi standar
Ketidakpastian dari konsentrasi standar berasal dari spesifikasi produsen yang tercantum dalam label kemasan standar tritisol Zn E-Merck ($1,000 \pm 0,002$ g). Dengan asumsi distribusi probabilitas adalah *rectangular*, maka ketidakpastian baku dari konsentrasi standar (μ_{1b}) sebesar $1,15 \times 10^{-3}$ g.

- Preparasi standar
Standar Zn dibuat dengan cara pelarutan bertahap yang melibatkan penggunaan labu ukur

250 dan 100mL serta pipet volume berukuran 25, 1 dan 0,1 mL. Penentuan estimasi ketidakpastian dari proses pelarutan melibatkan ketidakpastian dari labu atau pipet ukur yang tertera pada alat untuk volume dan suhu tertentu, presisi dari 10 kali pengulangan, dan ketidakpastian dari volume cairan dalam labu atau pipet akibat efek temperatur dengan koefisien muai sebesar $2,1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$. Nilai ketidakpastian gabungan dari labu ukur dan pipet seukuran yang digunakan tertera pada Tabel 2. Ketidakpastian dari toleransi diperoleh dari angka yang tertera pada labu dan pipet ukur dan dikoreksi dengan asumsi distribusi *rectangular*.

Tabel 2. Ketidakpastian gabungan dari labu ukur dan pipet seukuran

	Sumber Unc.	s (mL)	Faktor	μ	μ_c
Labu 250mL	Toleransi	0,15	$1/\sqrt{3}$	0,087	0,1746 (μ_{1c1})
	Efek Temp.	0,263	$1/\sqrt{3}$	0,152	
Labu 100mL	Toleransi	0,10	$1/\sqrt{3}$	0,058	0,0837 (μ_{1c2})
	Efek Temp.	0,105	$1/\sqrt{3}$	0,0606	
Pipet 25mL	Toleransi	0,04	$1/\sqrt{3}$	0,023	0,0251 (μ_{1c3})
	Presisi	0,0099	1	0,0099	
	Efek Temp.	0,026	$1/\sqrt{3}$	0,0152	
Pipet 1mL	Toleransi	0,001	$1/\sqrt{3}$	0,0006	0,0048 (μ_{1c4})
	Presisi	0,0011	1	0,0011	
	Efek Temp.	0,0011	$1/\sqrt{3}$	0,0006	
Pipet 0,1mL	Toleransi	0,0001	$1/\sqrt{3}$	0,00006	0,0003 (μ_{1c5})
	Presisi	0,0003	1	0,0003	
	Efek Temp.	0,0001	$1/\sqrt{3}$	0,00006	

4.3.2. Iradiasi

- Perbedaan geometri iradiasi
Ketidakpastian dari perbedaan geometri iradiasi terkait dengan gradien fluks neutron pada kapsul iradiasi. Dalam analisis aktivasi neutron metode relatif, cuplikan dan standar diletakkan berdekatan, dengan demikian diharapkan gradien fluks neutron minimum dan ketidakpastian dari komponen ini dapat diabaikan.

- Neutron self shielding*
Faktor perisai diri pada beberapa kasus dapat diabaikan, koreksi perlu dilakukan pada unsur-unsur denganampang lintang absorpsi tinggi dan kerapatan jenis yang tinggi [7]. Unsur Zn merupakan unsur denganampang lintang yang tidak terlalu tinggi dengan kerapatan jenis

yang tidak tinggi pula, sehingga kontribusi ketidakpastian dari faktor perisai diri dapat diabaikan.

- *Durasi waktu iradiasi (timing of irradiation)*

Kontribusi ketidakpastian dari durasi waktu iradiasi dapat diabaikan ketika cuplikan dan standar diiradiasi bersama-sama dan ketika waktu mulai dan stop iradiasi dapat diukur dengan akurat [7]. Pada kegiatan ini, cuplikan dan standar diiradiasi secara bersama-sama dan lamanya waktu iradiasi pada fasilitas iradiasi *rabbit system* di reaktor Siwabessy diatur dengan menggunakan sensor waktu, sehingga kontribusi ketidakpastian dari selang waktu iradiasi dapat diabaikan.

- *Penguapan selama iradiasi*

Kontribusi ketidakpastian dari peristiwa penguapan yang terjadi selama iradiasi diperhitungkan pada golongan unsur halogen dan unsur Hg [7]. Zn merupakan unsur yang tidak mudah menguap dan tidak mudah membentuk senyawa yang mudah menguap, sehingga kontribusi ketidakpastian dari peristiwa penguapan selama iradiasi dapat diabaikan.

4.3.3. Pengukuran dengan spektrometri sinar gamma

- *Statistik pencacahan*

Ketidakpastian dari komponen statistik pencacahan diperoleh dari hasil pengukuran. Jumlah cacahan dari puncak energi 1115,52 keV untuk cuplikan dan standar berturut-turut adalah 604 dan 377 dengan ketidakpastian (μ_{3a}) cuplikan dan standar adalah 32,6 dan 17,8.

- *Geometri pencacahan*

Kontribusi ketidakpastian dari komponen geometri pencacahan diperoleh dari data pencacahan berulang sumber standar pada geometri yang sama, dengan asumsi distribusi *rectangular*. Cacahan yang diperoleh dibandingkan dengan cacahan rata-rata berkisar antara 96,42-103,58% dengan ketidakpastian baku relatif 3,58%.

- *Random coincidences*

Kontribusi ketidakpastian dari komponen ini diabaikan terkait dengan laju cacah yang cukup rendah [8], dan ketidakpastian dari komponen ini dapat dikoreksi dengan penyetelan alat yang tepat seperti pada *amplifier*

shapping time, dsb [7].

- *True coincidences*

True coincidences tidak terjadi karena Zn-65 hanya mengemisikan sinar gamma pada satu energi [7].

- *Efek waktu mati*

Kontribusi ketidakpastian dari efek waktu mati patut diperhitungkan ketika waktu pengukuran mendekati umur paro radionuklida yang akan diukur [7]. Pada kegiatan ini, ketidakpastian dari efek waktu mati diabaikan karena waktu pengukuran jauh lebih kecil dari umur paro Zn ($t_c \ll t_{1/2}$).

- *Efek waktu luruh*

Kontribusi ketidakpastian dari efek waktu luruh perlu dipertimbangkan untuk radionuklida dengan umur paro <1menit [7]. Zn memiliki umur paro 244 hari (>>>1menit), untuk itu ketidakpastian dari efek waktu luruh dapat diabaikan.

- *Durasi waktu pencacahan*

Ketidakpastian dari durasi waktu pencacahan pada kegiatan ini diabaikan. Ketidakpastian durasi waktu pencacahan hanya memiliki kontribusi pada radionuklida dengan umur paro pendek dan pada umumnya, dapat diabaikan untuk radionuklida dengan umur paro sedang dan panjang [7].

- *Gamma ray self shielding*

Ketidakpastian ini memiliki kontribusi signifikan hanya untuk pengukuran radionuklida dengan energi <100 KeV [7]. Energi gamma unsur Zn adalah 1115,52 KeV, sehingga ketidakpastian dari gamma ray self shielding dapat diabaikan.

- *Gamma ray interference*

Pada kegiatan ini, pengukuran dilakukan untuk unsur Zn dalam cuplikan yang matriksnya diketahui. Interferensi energi Gamma yang mungkin terjadi adalah interferensi energi gamma dari unsur Ni yang salah satunya memiliki besaran energi yang sama dengan Zn. Interferensi ini dapat diminimalisir dengan waktu *cooling* yang lama (1 bulan) karena $T_{1/2}$ Ni $\ll \ll T_{1/2}$ Zn sehingga kontribusi ketidakpastian dari interferensi sinar gamma ini dapat diabaikan.

- *Probabilitas emisi sinar gamma*

Ketidakpastian dari probabilitas emisi sinar

gamma diperoleh dari *nuclear data sheet* [9]. Probabilitas sinar gamma untuk unsur Zn adalah 0,5060 dengan ketidak pastian (U_{3k}) sebesar 0,0022.

4.3.4. Perhitungan ketidakpastian gabungan baku dan ketidakpastian gabungan yang diperluas.

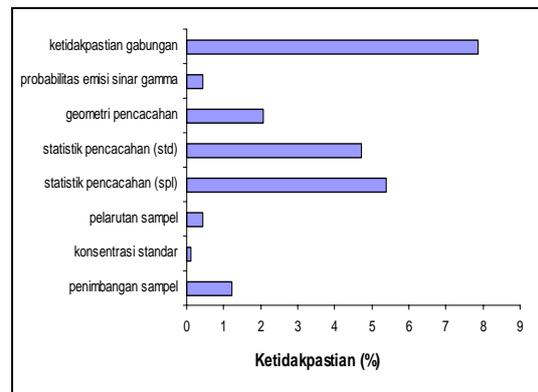
Nilai ketidakpastian yang diperoleh dari komponen-komponen yang memberikan kontribusi nyata terhadap ketidakpastian kemudian digabungkan dengan menggunakan metode relatif (aturan 2 pada teori). Ketidakpastian gabungan kemudian diperluas untuk meningkatkan derajat kepercayaan. Untuk derajat kepercayaan 95% maka ketidak pastian gabungan dikalikan dengan faktor cakupan 2. Rangkuman dari komponen-komponen ketidakpastian dan hasil perhitungan ketidak pastian gabungan dan ketidakpastian gabungan yang diperluas ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Rangkuman komponen-komponen ketidakpastian, ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian yang diperluasSumber *Unc*

Sumber <i>Unc</i>	Nilai X (satuan)	$\mu(x)$	$\mu(x)/X$
1a	0,05 (mg)	0,00085	0,0169
1b	1 (g)	0,00115	0,00115
1c ₁	250 (mL)	0,1746	0,0007
1c ₂	100 (mL)	0,0837	0,00084
1c ₃	25 (mL)	0,0251	0,00100
1c ₄	1 (mL)	0,00479	0,00479
1c ₅	0,1 (mL)	0,00033	0,00327
3a	604	32,6	0,05397
(cuplikan)	(count)		
3a	377	17,8	0,04721
(standar)	(count)		
3b	100 (%)	3,58	0,02067
(cuplikan)			
3b	100 (%)	3,58	0,02067
(standar)			
3j	0,5060	0,0022	0,00435
(cuplikan)			
3j	0,5060	0,0022	0,00435
(standar)			
Konsentrasi Unsur Zn dalam cuplikan		25,1 mg/kg	
Ketidakpastian gabungan (μ_c)		2,0 mg/kg	
Ketidakpastian diperluas (U)		4,0 mg/kg (tingkat kepercayaan 95%, k=2)	

Besarnya ketidakpastian relatif masing-masing komponen dan ketidakpastian baku gabungan dapat dilihat pada Gambar 2.

Dari Gambar 2 terlihat bahwa kontribusi ketidakpastian terbesar berasal dari statistika pencacahan cuplikan dan standar. Ketidakpastian yang diperluas (U) relatif terhadap konsentrasi unsur Zn dalam cuplikan yang diperoleh sebesar 15,9%. Nilai ini masih berada di bawah nilai simpangan baku relatif maksimum (20%) yang ditetapkan oleh laboratorium, namun bila dibandingkan terhadap ketidakpastian pada nilai sertifikat SRM NIST 1548a *Typical Diet* [10] pada tingkat kepercayaan yang sama, ketidakpastian hasil analisis yang diperoleh masih lebih besar.



Gambar 2. Ketidakpastian relatif masing-masing komponen dan ketidakpastian gabungan

Konsentrasi unsur Zn yang diperoleh (25,1 mg/kg) dibandingkan dengan nilai sertifikat NIST 1548a *Typical Diet* ($24,6 \pm 1,79$ mg/kg) memberikan hasil yang baik dengan bias relatif 2% yang menunjukkan tingkat akurasi teknik analisis aktivasi neutron instrumental yang digunakan. Dari kegiatan estimasi ketidakpastian ini diharapkan dapat menjadi salah satu acuan dalam melakukan estimasi ketidakpastian untuk jenis cuplikan, unsur dan metode analisis lainnya dalam rangka meningkatkan kualitas hasil analisis.

5. KESIMPULAN

Estimasi ketidakpastian dalam analisis unsur Zn dalam cuplikan makanan yang dilakukan melibatkan tiga kegiatan utama yaitu preparasi cuplikan dan standar, iradiasi, dan pengukuran menggunakan spektrometri gamma. Hasil estimasi ketidakpastian analisis unsur Zn dalam cuplikan makanan yang diperoleh sebesar 4,0 mg/kg dengan konsentrasi unsur Zn 25,1 mg/kg pada tingkat kepercayaan 95%.

Ketidakpastian diperluas baku relatif diperoleh sebesar 15,9%, nilai ini masih lebih besar dari ketidakpastian relatif yang tercantum pada sertifikat. Berbagai upaya perlu dilakukan untuk meminimalkan nilai ketidakpastian, diantaranya melalui optimalisasi pencacahan karena kontribusi ketidakpastian terbesar berasal dari ketidakpastian pada statistika pencacahan cuplikan dan standar.

6. DAFTAR PUSTAKA

1. **EURACHEM/CITAC.**, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement 2nd edition, EURACHEM/CITAC, 2000
2. **MOREIRA, E.G., VASCONCELLOS, M.B.A., SAIKI, M.**, Measurement Uncertainty Assessment in The Instrumental Neutron Activation Analysis of Chromium, Manganese, Molybdenum and Nickel in Steel, (2005 International Nuclear Atomic Conference-INAC 2005, Brazil, August 28 to September 2, 2005) Associação Brasileira De Energia Nuclear - ABEN.
3. **TOROWATI, ASMINAR, RAHMIATI, ADI A.S.**, Penentuan Nilai Ketidakpastian Pengukuran Pipet Gondok. *Urania* 13(4) (2007) 173-179
4. **KANTASUBRATA, J.**, Diktat Pelatihan Ketidakpastian Pengukuran Hasil Uji Laboratorium (ISO 17025), Serpong, 7-11 April 2003.
5. **WIKIPEDIA.**, Uniform Distribution (continuous), Available at: [http://em.wikipedia.org/wiki/Uniform_distribution_\(countinuous\)](http://em.wikipedia.org/wiki/Uniform_distribution_(countinuous)) diakses tanggal 31 Maret 2009.
6. **WIKIPEDIA.**, Triangular Distribution, Available at: http://em.wikipedia.org/wiki/Triangular_distribution diakses tanggal 31 Maret 2009.
7. **KUCERA, J., BODE, P., STEPANEK, V.**, Uncertainty Evaluation in Instrumental And Radiochemical Neutron Activation Analysis., *IAEA TECDOC 1401. Quantifying Uncertainty in Nuclear Analytical Measurements.* IAEA, July 2004.
8. **DOVLETE, C., POVINEC, P.P.**, Quantification of Uncertainty In Gamma-Spectrometric Analysis of Environmental Samples, *IAEA TECDOC 1401. Quantifying Uncertainty in Nuclear Analytical Measurements.* IAEA
9. **IAEA**, Nuclear Data Sheet-Recommended Gamma Ray Energies And Emission Probabilities Ordered By Energy. Available at www.nds.iaea.org/gamma_standards/genergiest
10. **NIST**, 2004, "Certificate of Analysis Standard Reference Material 1548a Typical Diet", NIST, Gaithersburg, USA, Certificate Issues Date October 26.