
EVALUASI UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM AAN TERHADAP CUPLIKAN LINGKUNGAN

Saeful Yusuf, Rukihati, Iman Kuntoro

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir – BATAN
Kawasan Puspiptek Serpong Gedung 43, Tangerang 15310
saeful@batan.go.id

ABSTRAK

EVALUASI UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM AAN TERHADAP CUPLIKAN LINGKUNGAN. Maksud kegiatan ini adalah mengevaluasi unjuk kerja laboratorium AAN peserta uji banding dalam analisis unsur-unsur kelumit, minor dan unsur mayor yang terkandung dalam cuplikan estuarine sediment NIST SRM 1646a dan coal fly ash NIST SRM 1633b. Enam Lab. AAN telah berpartisipasi dalam uji banding ini, tetapi hanya empat lab. AAN yang melaporkan hasilnya. Setiap peserta Lab. AAN ditandai dengan nomor kode yang tidak berubah hingga akhir kegiatan. Partisipan diberi 2 buah cuplikan lingkungan tanpa diberi tahu identitasnya dan diminta menentukan unsur sebanyak-banyaknya dengan menggunakan prosedur rutin yang mereka lakukan. Partisipan diminta melaporkan harga rerata, dan ketidakpastian hasil penentuan. Evaluasi unjuk kerja metode partisipan berdasarkan beberapa uji statistik diantaranya uji t, bias relatif, akurasi dan presisi. Nilai akurasi dan presisi yang diperoleh dari masing-masing unsur yang ditentukan, dibandingkan terhadap harga referensi dengan status 'diterima' atau 'ditolak'. Hasil yang diperoleh menunjukkan dari empat Lab. AAN yang menjadi peserta hanya dua Lab. AAN saja memiliki unjuk kerja metoda yang cukup baik, sedangkan dua Lab. AAN lainnya tidak memuaskan. Kegiatan uji banding perlu dilanjutkan untuk meningkatkan unjuk kerja metoda analisis Lab. AAN BATAN. Uji banding yang akan datang harus dilakukan secara berkesinambungan dengan konsistensi yang tinggi dari peserta.

Kata Kunci : uji banding, AAN, cuplikan lingkungan, coal fly ash, estuarine sediment

ABSTRACT

INTER COMPARISON EVALUATION OF NAA LABORATORY ON ENVIRONMENTAL SAMPLES. The aim of the study is to evaluation performance of neutron activation analysis Laboratory to analysis of trace elements, minor and mayor elements in environmental samples, i.e., estuarine sediment NIST SRM 1646a and coal fly ash NIST SRM 1633b. Six NAA laboratories were participated in this study, but at last only four laboratories were reported the results. Each laboratory was identified by a code number that remains unchanged though out the inter laboratory study. The participants were given two environmental samples without identity and they were requested to determine by their routine procedures as many elements as possible. For each element the participants were requested to report the arithmetic mean, and the uncertainty of the determinations. The performance of the participant laboratories is demonstrated by t test, relative deviation, acceptance criteria for accuracy and precision assigned the status "passed" or "rejected", which were calculated based on the accuracy and precision of reported results compared to established reference value accordingly. The result showed that two laboratories have good performance but another laboratory was not satisfied. The future inter comparison of NAA Laboratory should be carried out regularly with high commitments of the participants.

Key Word: inter comparison of laboratory, NAA, environmental samples, coal fly ash, estuarine sediment

PENDAHULUAN

Dalam era globalisasi, jaminan kualitas hasil pengujian atau pengukuran merupakan tuntutan pasar. Penyajian data pengukuran yang akurat dan presisi merupakan salah satu syarat bagi laboratorium pengujian untuk mendapat pengakuan dari pengguna maupun lembaga yang menerbitkan sertifikat. Untuk memperoleh data pengukuran yang akurat dan presisi diperlukan suatu metode analisis yang valid, terpercaya[1,2,3].

Laboratorium Analisis Aktivasi Neutron di BATAN selanjutnya disebut Lab. AAN, pada saat ini sedang berusaha untuk menerapkan standar nasional/internasional ISO/IEC 17025:2005. Dua Lab. AAN yaitu Lab. AAN di Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri (PTNBR) dan Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan (PTAPB) telah mendapat akreditasi sebagai Lab. Pengujian dari Komite Akreditasi Nasional (KAN).

Dalam ISO/IEC 17025:2005, salah satu cara untuk mengetahui unjuk kerja metode dapat dilakukan dengan mengikuti uji banding antar laboratorium[4]. Program uji banding akan sangat berarti dan menguntungkan bagi Lab. AAN yang akan mengajukan akreditasi maupun bagi Laboratorium yang sudah terakreditasi.

Dibawah koordinasi Deputi Penelitian Dasar dan Terapan, Lab. AAN di lingkungan BATAN telah menyelenggarakan uji banding antar Lab. AAN yang pertama. Penyelenggaraan uji banding ini disepakati akan dilakukan secara berkala untuk waktu-waktu mendatang.

Tujuan kegiatan ini antara lain :

- a. Mengetahui dan menjamin unjuk kerja metode analisis yang dilaksanakan dan dikembangkan Lab. AAN sesuai dengan yang dipersyaratkan oleh ISO/IEC 17025:2005.
- b. Meningkatkan kemampuan Lab. AAN dalam analisis unsur, terutama unsur unsur kelumit (konsentrasi < 0,5%), khususnya unsur-unsur yang terkandung dalam cuplikan lingkungan, abu terbang dan sedimen
- c. Meningkatkan kerjasama diantara Lab. AAN – BATAN

Peserta Uji banding adalah unit-unit kerja di BATAN yang memiliki fasilitas Lab. AAN atau yang memiliki peralatan spektrometer gamma. Ada 6 (enam) Lab. AAN sebagai peserta uji banding. Masing-masing peserta diberi kode Lab. AAN 01,

Lab. AAN 02, Lab. AAN 03, Lab. AAN 04, Lab. AAN 05 dan Lab. AAN 06. Namun pada akhirnya hanya 4 (empat) Lab. AAN (Lab. AAN 01, 02, 04 dan 06) yang melaporkan hasil pengujiannya.

Sebagai cuplikan dalam uji banding ini adalah:

- 1. *Estuarine sediment* NIST SRM 1646a
 - 2. *Coal fly ash* NIST SRM 1633b
- NIST SRM = National Institute of Standards and Tecnology Standard Reference Material.

METODOLOGI

Cara kerja uji banding antar Lab. AAN meliputi pembuatan juknis uji banding, persiapan cuplikan uji, pengiriman cuplikan uji kepada masing-masing partisipan, pengukuran dan analisis oleh partisipan, penerimaan laporan, evaluasi laporan masing-masing partisipan .

Penilaian uji banding mengacu pada uji profisiensi yang dilakukan oleh Badan Tenaga Atom Internasional (IAEA = International Atomic Energy Agency) [5,6]. Uji statistik yang digunakan antara lain bias relatif, u_{test} , akurasi dan presisi.

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

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

dengan unc adalah nilai ketidakpastian

$$rasio = \frac{nilai\ analisis}{nilai\ sertifikat} \dots(3)$$

Kriteria hasil pengujian yang **diterima**:

- a. Akurasi hasil pengujian **lulus** bila nilai $A \leq B$ dimana :

$$A = |nilai\ sertifikat - nilai\ analisis| \dots(4)$$

$$B = 1,95 \times \sqrt{unc_{sertifikat}^2 + unc_{analisis}^2} \dots(5)$$

- b. Presisi hasil pengujian **lulus** bila nilai $C \leq D$ dimana :

$$C = \sqrt{\left[\left(\frac{unc\ sertifikat}{nilai\ sertifikat}\right)^2 + \left(\frac{unc\ analisis}{nilai\ analisis}\right)^2\right]} \times 100\% \dots(6)$$

$$D = \sqrt{\left[\left(\frac{unc_{sertifikat}}{nilai_{sertifikat}} \right)^2 + (\sigma_H)^2 \right]} \times 100\% \quad ..(7)$$

$$\sigma_H = 0,02 \times c^{0,8495} \quad \dots\dots\dots(8)$$

c adalah konsentrasi unsur yang tercantum dalam sertifikat.

Hasil pengujian **diterima** bila Akurasi dan Presisi, kedua-duanya lulus

HASIL UJI BANDING

Empat Lab. AAN telah melaporkan hasil pengujiannya. Hasil pengujian (analisis) dibandingkan terhadap nilai sertifikat dari masing-masing peserta uji banding (Lab. AAN 01, 02, 04 dan 06) untuk cuplikan SRM 1646a *estuarine sediment* dan SRM 1633b *coal fly ash* disajikan pada Tabel 1 s/d 8.

PEMBAHASAN

Dari nilai hasil analisis dan nilai yang tercantum dalam sertifikat untuk masing-masing unsur, dapat dihitung nilai bias relatif, u_{test} dan rasio_{analisis/sertifikat} dengan menggunakan persamaan (1), (2) dan (3) seperti ditunjukkan pada tabel 1-8. Tabel 9 menunjukkan nilai u_{test} dan status hasil analisis terhadap nilai sertifikat.

Lab. AAN 01 seperti ditunjukkan pada tabel 1-2, bias relatif untuk *estuarine sediment* dari 6 unsur yang dievaluasi berkisar antara 0,5% - 4,1% dan 0,3%-6,6% untuk *coal fly ash* dari 8 unsur yang dievaluasi. Sedangkan u_{test} berkisar antara 0,06-0,54 untuk *estuarine sediment* dan 0,09 -1,60 untuk *coal fly ash*. Nilai u_{test} untuk semua unsur yang dievaluasi baik cuplikan estuarin sedimen maupun coal fly ash lebih kecil dari 1,64, hal ini menunjukkan bahwa hasil analisis yang dilakukan oleh Lab. AAN 01 tidak ada beda nyata dibandingkan dengan nilai sertifikat.

Lab. AAN 02 seperti ditunjukkan pada tabel 3-4, bias relatifnya berkisar antara 18,9%-99,9% untuk *estuarine sediment* dan 7,6%-121,7% untuk coal fly ash. u_{test} berkisar antara 1,74-51,44 untuk tiga unsur yang dievaluasi dalam *estuarine sediment* dan 0,71-14,64 untuk tujuh unsur yang dievaluasi dalam *coal fly ash*. u_{test} unsur Cr dalam estuarine sedimen adalah 1,74 yang berarti bahwa kemungkinan tidak ada beda nyata antara hasil analisis dengan nilai sertifikat. Sedangkan untuk unsur Fe dan As, u_{test} keduanya lebih besar dari 3,29 yang berarti ada beda nyata antara hasil

analisis dengan nilai sertifikat. Untuk cuplikan *coal fly ash*, u_{test} Fe lebih kecil dari 1,64 sehingga hasil analisis tidak ada beda nyata dengan nilai sertifikat. Untuk unsur Ba dengan u_{test} 1,94 kemungkinan tidak ada beda nyata antara hasil analisis dengan nilai sertifikat, sedangkan untuk Th kemungkinan ada beda nyata antara hasil analisis dengan sertifikat. Akan tetapi untuk unsur Mg, As, Cr dan V masing-masing memiliki $u_{test} > 3,29$ yang berarti ada beda nyata antara hasil analisis dengan nilai sertifikat.

Tabel 5-6 merupakan evaluasi untuk Lab. 04, bias relatifnya cukup besar yaitu berkisar dari 13,4%-1119% untuk estuarine sedimen dan 13,7%-76,2% untuk *coal fly ash*. Dari perhitungan u_{test} , dalam cuplikan *estuarine sediment* hanya unsur Fe yang memiliki $u_{test} < 1,64$ atau hasil analisis tidak ada beda nyata terhadap nilai sertifikat. Sedangkan pada cuplikan *coal fly ash* unsur-unsur yang memiliki $u_{test} < 1,64$ adalah Al, Ca, Mn dan Sr. Walaupun demikian bias relatif untuk keempat unsur tersebut cukup besar yaitu berkisar antara 13,7-24,4.

Pada tabel 7-8 ditunjukkan perhitungan bias relatif dan u_{test} dari Lab. 06. Nilai bias relatif *estuarine sediment* seperti ditunjukkan pada tabel 7, berkisar antara 4,8%-11,3% dari empat unsur yang dievaluasi. u_{test} dari keempat unsur berkisar antara 1,40-2,25, hanya unsur As dengan $u_{test} < 1,64$ atau tidak beda nyata antara hasil analisis dengan nilai sertifikat. Unsur Al memiliki $u_{test} < 1,95$, kemungkinan tidak ada beda nyata antara hasil dengan nilai sertifikat. Tabel 8 merupakan evaluasi bias relatif dan u_{test} untuk cuplikan *coal fly ash*. Bias relatif sepuluh unsur yang dievaluasi berkisar 0,4%-7%. Unsur Al, Ti, As, Cr, Mn, Se dan V memiliki nilai $u_{test} < 1,64$, unsur Fe $u_{test} < 1,95$, sedangkan unsur K dan Na adalah $2,58 > u > 1,95$.

Berdasarkan akurasi dan presisi yang dihitung dari data hasil analisis dan nilai sertifikat, maka dapat ditentukan status akhir untuk setiap unsur. Status akhir dinyatakan dengan notasi diterima atau ditolak. Evaluasi hasil pengujian Lab. AAN 01, 02, 04 dan Lab.AAN 06 terhadap cuplikan SRM 1646a *Estuarine Sediment* dan cuplikan SRM 1633a *Coal Fly Ash* dicantumkan dalam Tabel 10 hingga Tabel 17. Sebagaimana telah ditentukan terdahulu bahwa status akhir dinyatakan diterima bila akurasi dan presisi kedua-duanya lulus, dan bila salah satu atau kedua-duanya akurasi dan presisi tersebut tidak lulus maka status akhir dinyatakan ditolak.

Tabel 1. Perbandingan hasil Lab. AAN 01 terhadap nilai sertifikat *estuarine sediment*

No	Unsur	Sertifikat (mg/kg)		Analisis (mg/kg)		Bias relatif %	U-test	RASIO (Analisis/Sertifikat)
		nilai	unc	nilai	unc			
1	Al*	2,297	0,018					
2	Ca*	0,519	0,020					
3	Fe*	2,008	0,039	2,054	0,076	2,3	0,54	1,02
4	Mg*	0,388	0,009					
5	P*	0,027	0,001					
6	K*	0,864	0,016	0,899	0,072	4,1	0,48	1,04
7	Si*	40,00	0,16					
8	Na*	0,741	0,017	0,745	0,048	0,5	0,07	1,00
9	S*	0,352	0,004					
10	Ti*	0,456	0,021					
11	As	6,23	0,21	6,3	1,1	1,1	0,06	1,01
12	Cd	0,148	0,007					
13	Cr	40,9	1,9	40,6	2,5	0,7	0,10	0,99
14	Cu	10,01	0,34					
15	Pb	11,7	1,2					
16	Mn	234,5	2,8	232,4	9,6	0,9	0,21	0,99
17	Se	0,193	0,028					
18	V	44,84	0,76					
19	Zn	48,9	1,6					

Keterangan : * dalam satuan %

Tabel 2. Perbandingan hasil Lab. AAN 01 terhadap nilai sertifikat *coal fly ash*

No	Unsur	Sertifikat (mg/kg)		Analisis (mg/kg)		Bias relatif %	U-test	RASIO (Analisis/Sertifikat)
		nilai	unc	nilai	unc			
1	Al*	15,05	0,27					
2	Ca*	1,510	0,060					
3	Fe*	7,78	0,23	7,89	0,26	1,4	0,32	1,01
4	Mg*	0,482	0,008					
5	K*	1,95	0,03	2,01	0,12	3,2	0,49	1,03
6	Si*	23,02	0,08					
7	Na*	0,20	0,003	0,20	0,006	0,3	0,09	1,00
8	S*	0,2075	0,0011					
9	Ti*	0,791	0,014					
10	As	136,2	2,6	134,9	5	1,0	0,23	0,99
11	Ba	709	27					
12	Cd	0,784	0,006					
13	Cr	198,2	4,7	185,2	6,6	6,6	1,60	0,93
14	Cu	112,8	2,6					
15	Pb	68,2	1,1					
16	Mn	131,8	1,7	130,6	6,0	0,9	0,19	0,99
17	Hg	0,1431	0,0018					
18	Ni	120,6	1,8					
19	Se	10,26	0,17	10,70	1,80	4,3	0,24	1,04
20	Sr	1041	14					
21	Th	25,7	1,3	25,9	0,8	0,8	0,13	1,01
22	U	8,79	0,36					
23	V	295,7	3,6					

Keterangan : * dalam satuan %

Tabel 3. Perbandingan hasil Lab. AAN 02 terhadap nilai sertifikat *estuarine sediment*

No	Unsur	Sertifikat (mg/kg)		Analisis (mg/kg)		Bias relatif %	U-test	RASIO (Analisis/Sertifikat)
		nilai	unc	nilai	unc			
1	Al*	2,297	0,018					
2	Ca*	0,519	0,020					
3	Fe*	2,008	0,039	0,0017	0,0002	99,9	51,44	0,001
4	Mg*	0,388	0,009					
5	P*	0,027	0,001					
6	K*	0,864	0,016					
7	Si*	40,00	0,16					
8	Na*	0,741	0,017					
9	S*	0,352	0,004					
10	Ti*	0,456	0,021					
11	As	6,23	0,21	2,54	0,29	59,2	10,31	0,41
12	Cd	0,148	0,007					
13	Cr	40,9	1,9	33,2	4,0	18,9	1,74	0,81
14	Cu	10,01	0,34					
15	Pb	11,7	1,2					
16	Mn	234,5	2,8					
17	Se	0,193	0,028					
18	V	44,84	0,76					
19	Zn	48,9	1,6					

Keterangan: * dalam satuan %

Tabel 4. Perbandingan hasil Lab. AAN 02 terhadap nilai sertifikat *coal fly ash*

No	Unsur	Sertifikat (mg/kg)		Analisis (mg/kg)		Bias relatif %	U-test	RASIO (Analisis/Sertifikat)
		nilai	unc	nilai	unc			
1	Al*	15,05	0,27					
2	Ca*	1,510	0,060					
3	Fe*	7,78	0,23	7,19	0,80	7,6	0,71	0,92
4	Mg*	0,482	0,008	0,182	0,019	62,3	14,64	0,38
5	K*	1,95	0,03					
6	Si*	23,02	0,08					
7	Na*	0,20	0,00					
8	S*	0,2075	0,0011					
9	Ti*	0,791	0,014					
10	As	136,2	2,6	301,9	37,6	121,7	4,40	2,22
11	Ba	709	27	970	131	36,8	1,94	1,37
12	Cd	0,784	0,006					
13	Cr	198,2	4,7	126,5	17,2	36,2	4,02	0,64
14	Cu	112,8	2,6					
15	Pb	68,2	1,1					
16	Mn	131,8	1,7					
17	Hg	0,1431	0,0018					
18	Ni	120,6	1,8					
19	Se	10,26	0,17					
20	Sr	1041	14					
21	Th	25,7	1,3	18,2	2,2	29,1	2,92	0,71
22	U	8,79	0,36	5,40	0,78	38,6	3,95	0,61
23	V	295,7	3,6					

Keterangan: * dalam satuan %

Tabel 5. Perbandingan hasil Lab. AAN 04 terhadap nilai sertifikat *estuarine Sediment*

No	Unsur	Sertifikat (mg/kg)		Analisis (mg/kg)		Bias relatif %	U-test	RASIO (Analisis/Sertifikat)
		nilai	unc	nilai	unc			
1	Al*	2,297	0,018	2,733	0,318	19,0	1,37	1,19
2	Ca*	0,519	0,020	2,116	0,096	307,8	16,32	4,08
3	Fe*	2,008	0,039	2,276	0,094	13,4	2,64	1,13
4	Mg*	0,388	0,009					
5	P*	0,027	0,001					
6	K*	0,864	0,016					
7	Si*	40,00	0,16	19,51	2,78	51,2	7,37	0,49
8	Na*	0,741	0,017	9,625	0,388	1,199,0	22,89	12,99
9	S*	0,352	0,004					
10	Ti*	0,456	0,021					
11	As	6,23	0,21					
12	Cd	0,148	0,007					
13	Cr	40,9	1,9	48,5	1,9	18,6	2,83	1,19
14	Cu	10,01	0,34					
15	Pb	11,7	1,2					
16	Mn	234,5	2,8	563,3	18,5	140,2	17,58	2,40
17	Se	0,193	0,028					
18	V	44,84	0,76					
19	Zn	48,9	1,6					

Keterangan: * dalam satuan %

Tabel 6. Perbandingan hasil Lab. AAN 04 terhadap nilai sertifikat *coal fly Ash*

No	Unsur	Sertifikat (mg/kg)		Analisis (mg/kg)		Bias relatif %	U-test	RASIO (Analisis/Sertifikat)
		nilai	unc	nilai	unc			
1	Al*	15,05	0,27	12,36	1,84	17,9	1,45	0,82
2	Ca*	1,510	0,060	1,146	0,256	24,1	1,39	0,76
3	Fe*	7,78	0,23	5,97	0,35	23,3	4,32	0,77
4	Mg*	0,482	0,008					
5	K*	1,95	0,03					
6	Si*	23,02	0,08	5,47	0,35	76,2	48,75	0,24
7	Na*	0,20	0,00	0,15	0,02	23,4	2,20	0,77
8	S*	0,2075	0,0011					
9	Ti*	0,791	0,014					
10	As	136,2	2,6					
11	Ba	709	27	361,92	63,76	49,0	5,01	0,51
12	Cd	0,784	0,006					
13	Cr	198,2	4,7	90,15	8,02	54,5	11,62	0,45
14	Cu	112,8	2,6					
15	Pb	68,2	1,1					
16	Mn	131,8	1,7	99,67	23,45	24,4	1,37	0,76
17	Hg	0,1431	0,0018					
18	Ni	120,6	1,8					
19	Se	10,26	0,17					
20	Sr	1041	14	898,37	114,20	13,7	1,24	0,86
21	Th	25,7	1,3					
22	U	8,79	0,36					
23	V	295,7	3,6					

Keterangan: * dalam satuan %

Tabel 7. Perbandingan hasil Lab. AAN 06 terhadap nilai sertifikat *estuarine sediment*

No	Unsur	Sertifikat (mg/kg)		Analisis (mg/kg)		Bias relatif %	U-test	RASIO (Analisis/Sertifikat)
		nilai	unc	nilai	unc			
1	Al*	2,297	0,018	2,150	0,073	6,4	1,93	0,94
2	Ca*	0,519	0,020					
3	Fe*	2,008	0,039					
4	Mg*	0,388	0,009					
5	P*	0,027	0,001					
6	K*	0,864	0,016					
7	Si*	40,00	0,16					
8	Na*	0,741	0,017	0,705	0,005	4,8	2,01	0,95
9	S*	0,352	0,004					
10	Ti*	0,456	0,021					
11	As	6,23	0,21	5,75	0,27	7,7	1,40	0,92
12	Cd	0,148	0,007					
13	Cr	40,9	1,9	36,3	0,8	11,3	2,25	0,89
14	Cu	10,01	0,34					
15	Pb	11,7	1,2					
16	Mn	234,5	2,8					
17	Se	0,193	0,028					
18	V	44,84	0,76					
19	Zn	48,9	1,6					

Keterangan: * dalam satuan %

Tabel 8. Perbandingan hasil Lab. AAN 06 terhadap nilai sertifikat *coal fly ash*

No	Unsur	Sertifikat (mg/kg)		Analisis (mg/kg)		Bias relatif %	U-test	RASIO (Analisis/Sertifikat)
		nilai	unc	nilai	unc			
1	Al*	15,05	0,27	15,11	0,31	0,4	0,16	1,00
2	Ca*	1,510	0,060					
3	Fe*	7,78	0,23	7,35	0,02	5,6	1,88	0,94
4	Mg*	0,482	0,008					
5	K*	1,95	0,03	2,09	0,06	7,0	2,00	1,07
6	Si*	23,02	0,08					
7	Na*	0,201	0,003	0,192	0,003	4,5	2,25	0,96
8	S*	0,2075	0,0011					
9	Ti*	0,791	0,014	0,755	0,018	4,6	1,59	0,95
10	As	136,2	2,6	137,0	0,9	0,6	0,30	1,01
11	Ba	709	27					
12	Cd	0,784	0,006					
13	Cr	198,2	4,7	195,6	2,3	1,3	0,50	0,99
14	Cu	112,8	2,6					
15	Pb	68,2	1,1					
16	Mn	131,8	1,7	129,4	0,7	1,8	1,33	0,98
17	Hg	0,1431	0,0018					
18	Ni	120,6	1,8					
19	Se	10,26	0,17	9,61	0,59	6,3	1,06	0,94
20	Sr	1041	14					
21	Th	25,7	1,3					
22	U	8,79	0,36					
23	V	295,7	3,6	305,8	18,5	3,4	0,54	1,03

Keterangan: * dalam satuan %

Tabel-9 Nilai u_{test} dan statusnya

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

Tabel-10. Evaluasi hasil pengujian Lab. AAN 01 (cuplikan SRM 1646a *Estuarine Sediment*)

No	Unsur	AKURASI			PRESISI			STATUS AKHIR
		A	B	Status	C	D	Status	
1	Fe	0,046	0,17	lulus	4,2	14,5	lulus	diterima
2	K	0,036	0,14	lulus	8,2	16,4	lulus	diterima
3	Na	0,004	0,10	lulus	6,8	16,9	lulus	diterima
4	As	0,070	2,18	lulus	17,8	12,6	tidak lulus	ditolak
5	Cr	0,3	6,12	lulus	7,7	10,3	lulus	diterima
6	Mn	2,1	19,50	lulus	4,3	7,1	lulus	diterima

Tabel-11. Evaluasi hasil pengujian Lab. AAN 01(cuplikan SRM 1633a *Coal Fly Ash*)

No	Unsur	AKURASI			PRESISI			STATUS AKHIR
		A	B	Status	C	D	Status	
1	Fe	0,1	0,68	lulus	4,5	12,1	lulus	diterima
2	K	0,1	0,24	lulus	6,2	14,5	lulus	diterima
3	Na	0,001	0,01	lulus	3,5	20,4	lulus	diterima
4	As	1,3	10,99	lulus	4,2	7,9	lulus	diterima
5	Cr	13,0	15,80	lulus	4,3	7,7	lulus	diterima
6	Mn	1,2	12,16	lulus	4,8	7,8	lulus	diterima
7	Se	0,4	3,53	lulus	16,9	11,3	tidak lulus	ditolak
8	Th	0,2	2,98	lulus	5,9	11,0	lulus	diterima

Tabel-12. Evaluasi hasil pengujian Lab.AAN 02 (cuplikan SRM 1646a *Estuarine Sediment*)

No	Unsur	AKURASI			PRESISI			STATUS AKHIR
		A	B	Status	C	D	Status	
1	Fe	2,0	0,08	tidak lulus	10,7	41,7	lulus	ditolak
2	As	3,7	0,70	tidak lulus	11,9	14,3	lulus	ditolak
3	Cr	7,7	8,67	lulus	13,0	10,5	tidak lulus	ditolak

Tabel 13. Evaluasi hasil pengujian Lab. AAN 02 (cuplikan SRM 1633b *Coal Fly Ash*)

No	Unsur	AKURASI			PRESISI			STATUS AKHIR
		A	B	Status	C	D	Status	
1	Fe	0,6	1,61	lulus	11,5	12,3	lulus	diterima
2	Mg	0,3	0,04	tidak lulus	10,5	20,7	lulus	ditolak
3	As	165,7	73,40	tidak lulus	12,6	7,0	tidak lulus	ditolak
4	Ba	260,9	261,70	lulus	14,1	6,8	tidak lulus	ditolak
5	Cr	71,7	34,73	tidak lulus	13,8	8,1	tidak lulus	ditolak
6	Th	7,5	5,00	tidak lulus	13,1	11,5	tidak lulus	ditolak
7	U	3,4	1,68	tidak lulus	15,0	13,1	tidak lulus	ditolak

Tabel-14. Evaluasi hasil pengujian Lab. AAN 04
(cuplikan SRM 1646a *Estuarine Sediment*)

No	Unsur	AKURASI			PRESISI			STATUS AKHIR
		A	B	Status	C	D	Status	
1	Al	0,4	0,62	lulus	11,7	13,8	lulus	diterima
2	Ca	1,6	0,19	tidak lulus	5,9	14,8	lulus	ditolak
3	Fe	0,3	0,20	tidak lulus	4,6	14,3	lulus	ditolak
4	Si	20,5	5,42	tidak lulus	14,2	10,2	tidak lulus	ditolak
5	Na	8,9	0,76	tidak lulus	4,6	11,6	lulus	ditolak
6	Cr	7,6	5,24	tidak lulus	6,1	10,1	lulus	ditolak
7	Mn	328,8	36,47	tidak lulus	3,5	6,3	lulus	ditolak

Tabel 15. Evaluasi hasil pengujian Lab. AAN 04 (cuplikan SRM 1633b *Coal Fly Ash*)

No	Unsur	AKURASI			PRESISI			STATUS AKHIR
		A	B	Status	C	D	Status	
1	Al	2,7	3,62	lulus	15,0	11,1	tidak lulus	ditolak
2	Ca	0,4	0,51	lulus	22,7	16,2	tidak lulus	ditolak
3	Fe	1,8	0,82	tidak lulus	6,6	12,6	lulus	ditolak
4	Si	17,6	0,70	tidak lulus	6,4	12,4	lulus	ditolak
5	Na	0,0	0,04	lulus	13,8	21,3	lulus	diterima
6	Ba	347,1	135,02	tidak lulus	18,0	7,6	tidak lulus	ditolak
7	Cr	108,1	18,13	tidak lulus	9,2	8,5	tidak lulus	ditolak
8	Mn	32,1	45,85	lulus	23,6	8,1	tidak lulus	ditolak
9	Sr	142,	224,36	lulus	12,8	5,9	tidak lulus	ditolak

Tabel 16. Evaluasi hasil pengujian Lab. AAN 06 (cuplikan SRM 1646a *Estuarine Sediment*)

No	Unsur	AKURASI			PRESISI			STATUS AKHIR
		A	B	Status	C	D	Status	
1	Al	0,15	0,15	lulus	3,5	14,3	lulus	diterima
2	Na	0,04	0,03	tidak lulus	2,4	17,0	lulus	ditolak
3	As	0,48	0,67	lulus	5,8	12,7	lulus	diterima
4	Cr	4,62	4,01	tidak lulus	5,1	10,4	lulus	ditolak

Tabel 17. Evaluasi hasil pengujian Lab. AAN 06 (cuplikan SRM 1633b *Coal Fly Ash*)

No	Unsur	AKURASI			PRESISI			STATUS AKHIR
		A	B	Status	C	D	Status	
1	Al	0,06	0,80	lulus	2,7	10,8	lulus	diterima
2	Fe	0,43	0,45	lulus	3,0	12,2	lulus	diterima
3	K	0,1	0,1	lulus	3,3	14,4	lulus	diterima
4	Na	0,01	0,01	lulus	2,0	20,6	lulus	diterima
5	Ti	0,04	0,04	lulus	3,0	16,8	lulus	diterima
6	As	0,8	5,35	lulus	2,0	7,9	lulus	diterima
7	Cr	2,6	10,18	lulus	2,6	7,6	lulus	diterima
8	Mn	2,4	3,56	lulus	1,4	7,8	lulus	diterima
9	Se	0,7	1,20	lulus	6,4	11,5	lulus	diterima
10	V	10,1	36,81	lulus	6,2	6,9	lulus	diterima

Tabel 18. Evaluasi hasil pengujian berdasarkan akurasi, presisi Lab. AAN 01, 02, 04 dan 06 terhadap cuplikan SRM 1646a *Estuarine Sediment*

No	Unsur	LAB. AAN 01	LAB. AAN 02	LAB. AAN 04	LAB. AAN 06
1	Al	-	-	√	√
2	Ca	-	-	X	-
3	Fe	√	X	X	-
4	Mg	-	-	-	-
5	P	-	-	-	-
6	K	√	-	-	-
7	Si	-	-	X	-
8	Na	√	-	X	X
9	S	-	-	-	-
10	Ti	-	-	-	-
11	As	X	X	-	√
12	Cd	-	-	-	-
13	Cr	√	X	X	X
14	Cu	-	-	-	-
15	Pb	-	-	-	-
16	Mn	√	-	X	-
17	Se	-	-	-	-
18	V	-	-	-	-
19	Zn	-	-	-	-

Tabel 19. Evaluasi hasil pengujian berdasarkan akurasi, presisi Lab.01, 02, 04 dan 06 terhadap cuplikan SRM 1633b *Coal Fly Ash*

No	Unsur	LAB. AAN 01	LAB. AAN 02	LAB. AAN 04	LAB. AAN 06
1	Al	-	-	X	√
2	Ca	-	-	X	-
3	Fe	√	√	√	√
4	Mg	-	X	-	-
5	K	√	-	-	√
6	Si	-	-	X	-
7	Na	√	-	√	√
8	S	-	-	-	-
9	Ti	-	-	-	√
10	As	√	X	-	√
11	Ba	-	X	X	-
12	Cd	-	-	-	-
13	Cr	√	X	X	√
14	Cu	-	-	-	-
15	Pb	-	-	-	-
16	Mn	√	-	X	√
17	Hg	-	-	-	-
18	Ni	-	-	-	-
19	Se	X	-	-	√
20	Sr	-	-	X	-
21	Th	√	X	-	-
22	U	-	X	-	-
23	V	-	-	-	√

Keterangan: √ = Diterima, X = Ditolak, - = tidak dilaporkan

Status akhir hasil pengujian Lab. AAN 01 terhadap cuplikan SRM 1646a *Estuarine Sediment* hanya As yang ditolak (dari 6 unsur yang ditentukan), sedangkan dari cuplikan SRM 1633a *Coal Fly Ash* hanya Se yang ditolak (dari 8 unsur yang ditentukan).

Status akhir hasil pengujian Lab. AAN 02 terhadap cuplikan SRM 1646a *Estuarine Sediment*, semua unsur yang ditentukan (Fe, As dan Cr) ditolak, sedangkan dari cuplikan SRM 1633a *Coal Fly Ash* hanya Se yang ditolak (dari 7 unsur yang ditentukan).

Status akhir hasil pengujian Lab. AAN 04 terhadap cuplikan SRM 1646a *Estuarine Sediment*, hanya Al yang diterima (dari 7 unsur yang ditentukan), sedangkan dari cuplikan SRM 1633a *Coal Fly Ash* hanya Na yang di terima (dari 9 unsur yang ditentukan).

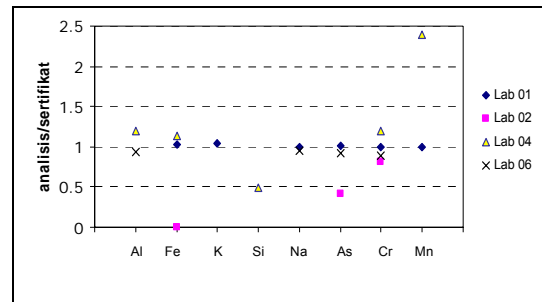
Status akhir hasil pengujian Lab. AAN 06 terhadap cuplikan SRM 1646a *Estuarine Sediment*, hanya Al dan As yang diterima (dari 4 unsur yang ditentukan), sedangkan dari cuplikan SRM 1633a *Coal Fly Ash* semua unsur (Al, Fe, K, Na, Ti, As, Cr, Mn, Se, V) yang ditentukan dapat diterima.

Evaluasi hasil pengujian Lab. AAN 01, 02, 04 dan 06 terhadap cuplikan SRM 1646a *Estuarine Sediment* dan cuplikan SRM 1633a *Coal Fly Ash* dapat dilihat pada Tabel 18 dan 19. Tabel 18 tersebut juga menginformasikan kemampuan laboratorium menganalisis unsur-unsur di dalam *Estuarine Sediment*. Semua Lab. AAN tidak melaporkan hasil pengujian unsur Mg, P, S, Ti, Cd, Cu, Pb, Se, V, Zn yang terkandung dalam SRM 1646a *Estuarine Sediment*. Sedangkan untuk cuplikan SRM 1633a *Coal Fly Ash*, tidak ada Laboratorium yang melaporkan hasil pengujian untuk unsur S, Cd, Cu, Pb, Hg dan Ni.

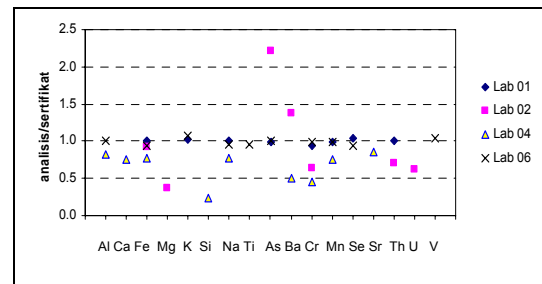
Rasio_{analisis/sertifikat} (SRM 1646a *Estuarine Sediment* dan SRM 1633a *Coal Fly Ash*) dari masing-masing Lab. AAN peserta uji banding dicantumkan pada Gambar 1 dan 2. Hasil pengujian yang baik akan memiliki rasio_{analisis/sertifikat} yang mendekati nilai 1, disamping harus memenuhi kriteria lainnya seperti lolos uji t, uji presisi dan akurasi.

KESIMPULAN

Dari hasil uji banding dapat diketahui unjuk kerja metoda dan kompetensi dari masing-masing Lab. AAN di BATAN dalam analisis cuplikan lingkungan yaitu SRM 1646a *Estuarine Sediment* dan SRM 1633b *Coal Fly Ash*.



Gambar 1. Rasio hasil analisis/harga sertifikat (Lab. AAN 01, 02, 04 dan 06) untuk cuplikan SRM 1646a *Estuarine Sediment*



Gambar 2. Rasio hasil analisis/harga sertifikat (Lab. AAN 01, 02, 04 dan 06) untuk cuplikan SRM 1633b *Coal Fly Ash*

Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa dari empat Lab. AAN yang menjadi peserta, hanya dua Lab. AAN saja memiliki unjuk kerja metoda yang cukup baik yaitu Lab. AAN 01 dan Lab. AAN 06, sedangkan dua Lab. AAN lainnya yaitu Lab. AAN 02 dan Lab. AAN 04 menunjukkan hasil yang tidak memuaskan.

Kegiatan uji banding perlu dilanjutkan untuk meningkatkan unjuk kerja metoda analisis Lab. AAN BATAN. Uji banding yang akan datang harus dilakukan secara berkesinambungan dengan komitmen yang tinggi dari semua peserta uji banding Lab. AAN.

SARAN

Pelaksanaan uji banding Lab. AAN ini adalah yang pertama kali dilaksanakan secara terkoordinir. Sebagaimana disepakati, uji banding Lab. AAN ini perlu terus dilanjutkan secara berkala dengan harapan konsistensi dari semua peserta uji banding Lab. AAN.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis selaku koordinator pelaksanaan uji banding Lab. AAN, mengucapkan terima kasih kepada

pengelola, saintis, pelaksana AAN dari: Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN), Pusat Aplikasi Teknologi Isotop dan Radiasi (PATIR), Pusat Pendidikan dan Pelatihan (Pusdiklat), Pusat Teknologi Keselamatan dan Metrologi Radiasi (PTKMR), Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan (PTAPB) serta Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri (PTNBR) Badan Tenaga Nuklir Nasional atas partisipasi pelaksanaan uji banding Lab. AAN ini. Kiranya pelaksanaan uji banding tersebut perlu ditingkatkan baik secara kuantitas pesertanya maupun kualitas hasil pengujiannya.

DAFTAR PUSTAKA

1. YONG SAM CHUNG, EUI SIK JEONG and SEUNG YEON CHO, Intercomparison and determination of environmental standard samples by instrumental neutron activation analysis, *J. of Radioanal. and Nuclear Chem.*, vol. 217, No.1, 1997.
2. ADRIAAN M.H. VAN DER VEEN, MILENA HORVAT, RADMILA MILACIC, TINKARA BUCAR, URSKA REPINC, JANEZ SCANCAR AND RADJOKO JACIMOVIC, Operation of a proficiency testing scheme of trace elements in sewage sludge with reference value, Springer Berlin/Heidelberg, Vol.6, No.6, 2001.
3. E.j.WYSE, S.Azemard and S. de Mora, World-wide intercomparison exercise for the determination of trace elements and methylmercury in fish homogenate IAEA-470, IAEA/AL/144 (IAEA/Mel/72), IAEA, Monaco.
4. ISO/IEC 17025:2005, Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi
5. ISO, Certification of reference material – General and statistical principles, Guide 35, Rev.1, ISO, 2000.
6. IAEA, Analytical Quality Control Services, Summary Report of the Proficiency Test for the IAEA Project RAS/2/020: Quality Assurance and Quality Control of Nuclear Analytical Techniques, Seibersdorf, Austria, 2003.
7. IAEA-TECDOC-564, Practical Aspects of Operating A Neutron Activation Analysis Laboratory, IAEA, Vienna, 1990.