

## **PENERAPAN METODE AAN KOMPARATIF PADA PENGUJIAN UNSUR-UNSUR DENGAN WAKTU PARUH MEDIUM DI LAB. AAN PRSG**

Th. Rina Mulyaningsih

### **ABSTRAK**

**PENERAPAN METODE AAN KOMPARATIF PADA PENGUJIAN UNSUR-UNSUR DENGAN WAKTU PARUH MEDIUM DI LAB. AAN PRSG**, Metode AAN adalah suatu metode pengujian tidak baku. Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan pengujian/validasi metode AAN instrumental untuk beberapa unsur dengan waktu paruh panjang. Sebagai lanjutan pada penelitian ini telah dilakukan pengujian unsur-unsur dengan waktu paruh medium menggunakan metode AAN di Lab. AAN PRSG. Bahan standar tersertifikasi yang digunakan untuk pengujian adalah NIST 1573a *Tomato Leaves*, SRM 2702 *Inorganic Marine Sediment*, SRM 1547 *Peach Leaves*, SRM 2780 *Hard Rock Mine Waste*, dan SRM 2711 *Montana Soil*. Iradiasi dilakukan pada system rabbit RSG pada fluks neutron thermal  $10^{13}$  n.cm<sup>-2</sup>.det<sup>-1</sup>. dengan waktu iradiasi 5 – 10 menit. Hasil pengujian parameter akurasi dan presisi, memberikan hasil yang cukup bagus untuk unsur-unsur yang terkuantifikasi dengan jenis tergantung matriknya. As pada pengujian akurasi dan presisi kurang bagus terutama untuk orde konsentrasi yang relative rendah. Tetapi secara umum metode ini layak digunakan sebagai metode pengujian di Lab. AAN.

Kata kunci : analisis aktivasi netron, presisi, akurasi, bahan standar

### **ABSTRACT**

**APPLICATION OF NAA-COMPARATIVE METHOD ON THE ANALYSIS OF ELEMENTS HAVE MEDIUM HALF TIME IN AAN LABORATORY OF PRSG**. NAA method is a non standard testing method. The INAA method had been validated for the elements with long half time. On this research was done validation for elements with medium half time. The NIST 1573a *Tomato Leaves*, SRM 2702 *Inorganic Marine Sediment*, SRM 1547 *Peach Leaves*, SRM 2780 *Hard Rock Mine Waste*, and SRM 2711 *Montana Soil* were used in this testing program. Samples were irradiated in the rabbit system facility with fluks neutron thermal  $10^{13}$  n.cm<sup>-2</sup>.det<sup>-1</sup> for 5 – 10 minutes. The result of accuration and precision parameters testing gave good result for quantified elements depend on the matrix samples. On the accuration and precision testing for As gave bad result. But generally this method is applicable for testing method in AAN laboratory.

Key words: neutron activation analysis, precision, accuration, standard reference material

### **PENDAHULUAN**

Laboratorium harus memvalidasi metode-metode non standar, metode-metode yang dirancang oleh laboratorium untuk digunakan sendiri, metode-metode yang digunakan diluar kisaran peruntukannya dan perluasan dari metode standar, agar dapat mengkonfirmasi bahwa metode-metode tersebut sesuai untuk tujuan penggunaannya<sup>[1]</sup> Metode analisis aktivasi netron (AAN) sebagai metode tidak baku untuk memperoleh pengakuan sebagai metode analisis yang digunakan di laboratorium pengujian, agar memenuhi persyaratan sebagai laboratorium pengujian yang terakreditasi, harus divalidasi terlebih dahulu.

Pada penelitian ini yang merupakan kelanjutan dari kegiatan sebelumnya, telah dilakukan penerapan metode INAA pada pengujian beberapa unsur yang mempunyai waktu paruh medium, yang merupakan rangkaian kegiatan validasi metode INAA-komparatif di Lab. AAN- PRSG. Untuk itu pada kegiatan ini sebagai sampel yang akan diuji digunakan bahan acuan standard yang dikeluarkan oleh NIST, yang merupakan bahan standar yang telah tersertifikasi. Dari data hasil pengujian yang diperoleh kemudian dilakukan pengujian presisi dan akurasi dengan beracuan pada nilai-nilai yang tercantum dalam sertifikat. Diharapkan dari hasil yang didapat pada penelitian ini, akan memberikan keyakinan akan penggunaan metode analisis INAA untuk dapat digunakan sebagai metode pengujian pada berbagai jenis sampel yang akan diuji.

## TEORI

### Akurasi dan Presisi

Akurasi adalah kesesuaian antara hasil suatu analisis dan nilai benar analit/unsur, karena nilai hasil analisis pada kenyataannya merupakan perkiraan nilai benar dengan memperhitungkan nilai ketidakpastiannya. Pengujian akurasi dapat dilakukan dengan 2 cara, yaitu :

- a. Analisis bahan acuan, hasilnya dibandingkan dengan nilai analit sebenarnya. Selisihnya memberikan nilai penyimpangan dari metode.
- b. Analisis bahan acuan/uji, hasilnya dibandingkan dengan hasil pengukuran dengan menggunakan metode lain. Selisihnya memberikan nilai penyimpangan metode relatif terhadap metode lain. Hal ini biasanya dilakukan apabila tidak tersedia bahan acuan

Perbedaan antara nilai target (nilai dalam sertifikat) dengan nilai hasil analisis dinyatakan dengan empat parameter <sup>[2]</sup>:

- a) Bias relatif antara nilai hasil analisis dengan nilai target yang dinyatakan dalam persentase:

$$\text{Bias Relatif} = \frac{\text{Nilai}_{\text{analisis}} - \text{Nilai}_{\text{target}}}{\text{Nilai}_{\text{target}}} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

- b) Nilai z-score, dihitung dengan persamaan berikut

$$Z_{\text{score}} = \frac{\text{Nilai}_{\text{analisis}} - \text{Nilai}_{\text{target}}}{\sigma} \dots\dots\dots(2)$$

Standard deviasi ( $\sigma$ ) merupakan fungsi Horwitz dengan nilai  $\sigma_H = 0,02 \times c^{0,8495}$

dimana c adalah konsentrasi

c) Simpangan baku  $z^{[5]}$

$$z = \frac{\text{Nilai}_{\text{analisis}} - \text{Nilai}_{\text{target}}}{\sqrt{U^2_{\text{analisis}} + U^2_{\text{target}}}} \dots\dots\dots(3)$$

d) Nilai u-test dihitung berdasarkan rumus berikut

$$u_{\text{test}} = \frac{|\text{Nilai}_{\text{target}} - \text{Nilai}_{\text{analisis}}|}{\sqrt{U^2_{\text{target}} + U^2_{\text{analisis}}}} \dots\dots\dots(4)$$

Nilai u-test terhitung dibandingkan dengan nilai kritikal dalam tabel t-statistik, untuk menentukan apakah hasil yang dilaporkan berbeda secara signifikan dengan nilai target dengan tingkat probabilitas sebagai berikut <sup>[2]</sup> :

Tabel 1. Tabel t-statistik

Kondisi	Probabilitas	Status
$u < 1,64$	lebih besar dari 0,1	Hasil yang dilaporkan tidak berbeda secara signifikan dari nilai target
$1,95 > u > 1,64$	antara 0,1 dan 0,05	Hasil yang dilaporkan kemungkinan tidak berbeda secara signifikan dengan nilai target
$2,58 > u > 1,95$	antara 0,05 dan 0,01	Tidak jelas apakah hasil yang dilaporkan berbeda secara signifikan dari nilai target
$3,29 > u > 2,58$	antara 0,01 dan 0,001	Hasil yang dilaporkan kemungkinan berbeda secara signifikan dari nilai target
$u > 3,29$	kurang dari 0,001	Hasil yang dilaporkan secara signifikan berbeda dari nilai target.

**Kriteria penerimaan**

Kriteria penerimaan untuk pengujian tingkat akurasi dan presisi metode digunakan persamaan berikut :

1. Akurasi hasil pengujian baik(lolos) apabila memenuhi persamaan berikut:

$$|\text{Nilai}_{\text{target}} - \text{Nilai}_{\text{analisis}}| \leq 1,95 \times \sqrt{U^2_{\text{target}} + U^2_{\text{analisis}}} \dots\dots\dots(5)$$

2. Presisi (tergantung pada tingkat konsentrasi) hasil pengujian, baik(lolos) apabila :

$$\sqrt{\left(\frac{U_{\text{target}}}{\text{Nilai}_{\text{target}}}\right)^2 + \left(\frac{U_{\text{analisis}}}{\text{Nilai}_{\text{analisis}}}\right)^2} \times 100\% \leq \sqrt{\left(\frac{U_{\text{target}}}{\text{Nilai}_{\text{target}}}\right)^2 + (\sigma_H)^2} \times 100\% \dots\dots\dots(6)$$

## **METODE PENELITIAN**

### **Preparasi**

Sampel NIST-SRM ditimbang dalam vial poliethylen bersih dengan berat antara 30 – 50 mg. Dibuat larutan standar tetes campuran dengan komposisi dan konsentrasi sesuai dengan nilai yang tertera dalam sertifikat untuk unsur-unsur yang akan diuji. Larutan standar multielemen sebanyak 100 µl diteteskan ke dalam vial yang telah dicuci kemudian dibiarkan mengering dengan cara menyimpannya dalam desikator. Kemudian dilakukan pengkapsulan sampel dan standar dengan kapsul iradiasi yang terbuat dari poliethylene, dimana setiap layer dalam kapsul iradiasi diberi larutan standar yang akan digunakan untuk kuantifikasi.

### **Iradiasi**

Sampel, unsur standar dan blanko diiradiasi secara bersamaan pada posisi dan kondisi iradiasi yang sama. Iradiasi dilakukan dalam fasilitas sistim rabbit RSG-GAS selama 5 – 10 menit. Kemudian didinginkan selama 1 – 2 hari sebelum dilakukan pencacahan.

### **Pencacahan**

Pencacahan sampel pasca iradiasi yang telah didinginkan dilakukan dengan detektor resolusi tinggi (HpGe), dengan lama pengukuran sekitar 15 - 30 menit **Analisis Data**

Dari hasil pencacahan dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif. Nilai hasil analisis kemudian dibandingkan terhadap nilai sertifikat dari masing-masing bahan acuan standar. Kemudian dilakukan analisis/pengujian untuk tingkat akurasi dan presisi metode dengan persamaan (5) dan (6).

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Hasil penerapan metode AAN untuk analisis unsur dengan waktu paruh medium pada beberapa jenis bahan acuan standar ditunjukkan pada Tabel1. Dari tabel hasil dapat diketahui konsentrasi beberapa unsur yang dapat dianalisis dan hasil perhitungan ketidakpastiannya serta pengujian tingkat akurasi dan presisi hasil analisis dengan dibandingkan terhadap nilai sertifikat menggunakan persamaan (5) dan (6).

Pada analisis NIST SRM 2702 Inorganic Marine Sediment dapat dikuantifikasi 5 unsur yaitu La, Sb, As, Na dan W. Ke-empat unsur La, Sb, As, Na setelah dilakukan pengujian ternyata memiliki nilai akurasi dan presisi bagus, sedangkan unsur W tidak

dapat diuji tingkat akurasi dan presisinya, karena unsur tersebut nilai kuantifikasinya pada sertifikat termasuk daftar unsur yang nilainya belum *certified*, tetapi memiliki nilai yang merupakan nilai informasi (information mass fraction).

Pada analisis NIST SRM 1547 Peach Leaves dan NIST SRM 1573a Tomato Leaves dapat dikuantifikasi unsur-unsur Br, La, K, As dan tambahan Sb untuk SRM 1573a. Pada peach leaves unsur K setelah diuji ternyata memiliki nilai presisi baik(ok) demikian juga dengan akurasinya sehingga hasil pengujian akhir memberikan hasil baik (lolos). Sedangkan pada pengujian akurasi unsur As, baik, sedangkan tingkat akurasinya tidak lolos. Pada pengujian tingkat akurasi dan presisi unsur As, Sb, dan K dengan tomato leaves, hanya unsur K yang lolos. Untuk pengujian unsur-unsur dengan waktu paruh panjang telah dilakukan pada penelitian sebelumnya <sup>[3]</sup>.

Demikian juga pada pengujian menggunakan NIST 2780 Hard Rock Mine Waste dan NIST SRM 2711 Montana Soil, hanya unsur-unsur yang memiliki nilai *certified* saja yang bisa diuji tingkat akurasi dan presisinya. Hasil pengujian dapat dilihat pada tabel.

Tingkat akurasi dalam INAA ini sangat tergantung dengan nilai ketidakpastian pengukurannya. Sumber-sumber kesalahan yang berkontribusi kemungkinan besar dapat berasal dari proses pembuatan unsur standar pembanding, diantaranya adalah tidak diketahuinya kemurnian dan stokiometri campuran kimia dari bahan, preparasi standar (ketidakakuratan dalam pipet atau penimbangan). Waktu iradiasi yang kurang tepat, waktu pendinginan yang kurang tepat, mungkin terlalu lama sehingga sudah banyak unsur yang akan dianalisis sudah habis meluruh ataupun terlalu pendek yang menyebabkan pada saat pencacahan masih banyak mendapat gangguan dari radionuklida yang memiliki waktu paruh pendek. Waktu pencacahn yang terlalu pendek juga berpengaruh, karena memberikan nilai kesalahan pencacahan yang cukup tinggi.





## KESIMPULAN

Dari pengujian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa metode analisis INAA berbasis teknik nuklir layak digunakan untuk analisis unsur-unsur memiliki waktu paruh medium, hal ini ditunjukkan dengan telah dapat dianalisisnya jenis unsur tersebut pada beberapa sampel bahan standar dengan berbagai jenis matriks. Pada pengujian tingkat akurasi dan presisi metode masih ditemukan beberapa unsure yang tidak lolos pada pengujian ini mungkin disebabkan karena besarnya sumbangan kesalahan pada saat preparasi seperti pembuatan larutan pembanding, lama iradiasi maupun waktu pencacahan.

## DAFTAR PUSTAKA

1. KAN, Penjelasan SNI 19-17025-2000 sebagai Persyaratan Akreditasi Laboratorium oleh KAN, BSN.
2. IAEA. *Summary Report of the Proficiency Test for the IAEA Project RAS/2/010: Quality Assurance and Quality Control of Nuclear Analytical Techniques*, Seiberdorf, 03 January, 2003.
3. Th. Rina M, “Validasi Metode Analisis Aktivasi Neutron Sebagai Metode Pengujian di Lab. AAN Serpong” *Jurnal Teknologi Reaktor Nuklir*, Tri Dasa Mega, Volume 6, Nomor 1, Pebruari 2004, ISSN 1411-240X
4. NIST, “Certificate of Analysis Standard Reference Material 2702 Inorganic Marine Sediment”, Certificate Issue date Jan 7, 2004.
5. NIST, “Certificate of Analysis Standard Reference Material 1547 Peach Leaves”, Gaithersburg, MD 20899, Certificate Issue date Feb 7, 1994
6. NIST Certificate of Analysis Standard Reference Material 2780 Hard Rock Mine Waste”, Gaithersburg, MD 20899, Certificate Issue date Jan 31, 2003
7. NIST Certificate of Analysis Standard Reference Material Montana Soil”, Gaithersburg, MD 20899, Certificate Issue date August 23, 1993.
8. NIST, “Certificate of Analysis Standard Reference Material 1573a Tomato leaves”, Gaithersburg, MD 20899, Certificate Issue date Nov 22, 1995.