

## PERBANDINGAN HASIL ANALISIS DUA LABORATORIUM MENGGUNAKAN METODE YANG BERBEDA

### COMPARISON OF THE ANALYSIS RESULT BETWEEN TWO LABORATORIES USING DIFFERENT METHODS

Sri Murniasih\*, Agus Taftazani

Pusat Sains dan Teknologi Akselerator - Badan Tenaga Nuklir Nasional  
Jl. Babarsari Kotak Pos 6601 ykbb, Yogyakarta 55010

\*smurni83@gmail.com

Diterima 8 Nopember 2016, diterima dalam bentuk perbaikan 13 Maret 2017, disetujui 11 April 2017

#### ABSTRAK

**PERBANDINGAN HASIL ANALISIS DUA LABORATORIUM MENGGUNAKAN METODE YANG BERBEDA.** Telah dilakukan perbandingan hasil analisis suatu sampel abu vulkanik pada dua laboratorium dengan metode analisis yang berbeda. Pekerjaan ini bertujuan untuk meningkatkan mutu suatu laboratorium pengujian serta menjalin kerjasama dengan laboratorium pengujian dari Negara lain. Sampel diuji di laboratorium AAN – Pusat Sains dan Teknologi Akselerator (PSTA) menggunakan metode AAN, sedangkan pada Universitas Texas (UT) USA menggunakan ICP-MS dan ENAA. Dari target 12 unsur, laboratorium AAN – PSTA mampu menyajikan data analisis 11 unsur. Hasil perbandingan diketahui bahwa analisis unsur K, Mn, Ti dan Fe dari kedua laboratorium mempunyai perbandingan yang sangat baik dan saling berdekatan. Hal ini diketahui dari nilai RSD dan koefisien korelasi hasil analisis kedua laboratorium. Sedangkan dilihat dari perbedaan hasil diketahui bahwa hasil analisis unsur Al, Na, K, Fe, V, Mn, Ti, Cr dan As dari kedua laboratorium tidak beda signifikan. Dari 11 unsur yang dilaporkan, hanya unsur Zn yang mempunyai nilai berbeda signifikan untuk dua laboratorium.

**Kata kunci:** metode analisis, AAN, AANE, ICP-MS, uji banding

#### ABSTRACT

**COMPARISON OF THE ANALYSIS RESULT BETWEEN TWO LABORATORIES USING DIFFERENT METHODS.** Comparison of the analysis result of volcano ash sample between two laboratories using different analysis methods. The research aims to improve the testing laboratory quality and cooperate with the testing laboratory from other country. Samples were tested at the Center for Accelerator of Science and Technology (CAST)-NAA laboratory using NAA, while at the University of Texas (UT) USA using ICP-MS and ENAA method. From 12 elements of target, CAST-NAA able to present 11 elements of data analysis. The comparison results shows that the analysis of the K, Mn, Ti and Fe elements from both laboratories have a very good comparison and close one to other. It is known from RSD values and correlation coefficients of the both laboratories analysis results. While observed of the results difference known that the analysis results of Al, Na, K, Fe, V, Mn, Ti, Cr and As elements from both laboratories is not significantly different. From 11 elements were reported, only Zn which have significantly different values for both laboratories.

**Keywords:** analysis method, NAA, ENAA, ICP-MS, comparison testing.

#### PENDAHULUAN

Untuk mengetahui kandungan suatu sampel selalu dilakukan analisis. Analisis dapat dilakukan dengan uji rusak maupun tak rusak. Salah satu metode uji tak rusak adalah metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN). Metode ini mampu menentukan berbagai unsur baik mayor, minor maupun kelumit secara serempak dengan mengandalkan energi gamma karakteristik yang dipancarkan oleh setiap isotop. Tidak semua laboratorium mampu menerapkan metode AAN karena metode ini memerlukan suatu reaktor sebagai sumber neutron untuk mengaktivasi sampel yang akan dianalisis. Metode AAN merupakan suatu metode analisis tidak baku sehingga hasil analisis yang diperoleh harus selalu disertai dengan validasinya. Keakuratan suatu hasil analisis AAN dapat pula dilakukan dengan melakukan perbandingan hasil analisis suatu laboratorium AAN yang satu dengan laboratorium AAN lainnya [1].

Metode AAN mempunyai beberapa keunggulan antara lain preparasi sampel yang tidak memerlukan perlakuan awal (*pre-treatment*) seperti *digestion* yang menyebabkan kemungkinan kehilangan beberapa unsur volatil dapat dihindari [2]. Selain itu, batas limit deteksi pengukuran bisa mencapai orde ppb untuk beberapa unsur tertentu tergantung daya reaktor dan *cross section* atom [3]. Laboratorium AAN – PSTA bekerjasama dengan laboratorium AAN – UT, USA untuk melakukan interkomparasi analisis kandungan unsur pada sampel abu vulkanik gunung Merapi. Kegiatan ini bertujuan untuk mengetahui kandungan unsur mayor, minor dan kelumit secara akurat serta sebagai media dalam peningkatan kompetensi laboratorium.

Pada penelitian ini, akan disajikan hasil interkomparasi dari dua laboratorium yaitu lab. AAN – PSTA, Indonesia menggunakan metode AAN dengan lab. AAN – UT, USA menggunakan metode *epithermal neutron activation analysis* (ENAA) dan *inductively coupled plasma mass spectrometry* (ICP-MS). Sampel yang diuji adalah abu vulkanik hasil erupsi gunung Merapi 2010. Analisis kandungan unsur mayor, minor dan *trace* merupakan target dalam penelitian ini. Kegiatan ini merupakan kegiatan bersama dalam rangka membangun kerjasama dengan *international atomic energy agency* (IAEA) dalam hal peningkatan metode analisis nuklir dan pemanfaatan nuklir untuk tujuan damai.

## METODOLOGI

### Alat dan Bahan

Laboratorium AAN – PSTA di Indonesia menggunakan sumber radiasi reaktor Kartini dengan daya 100 kW, spektrometer gamma dilengkapi dengan detektor HPGe GEM35P4-83, MCA 8K dan Pb *shielding* yang digunakan sebagai sistem pengukuran sampel pasca iradiasi, timbangan semi mikro guna menimbang sampel yang akan digunakan seberat 100 mg. Sedangkan di laboratorium AAN – UT, USA menggunakan sumber radiasi reaktor TRIGA dengan daya 1,1 MW, spektrometer gamma yang dilengkapi dengan detektor HPGe serta timbangan semi mikro guna menimbang sampel yang akan digunakan seberat 300 mg.

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini berupa abu vulkanik yang diambil dari erupsi gunung Merapi tahun 2010 pada radius 15 – 20 Km. Sampel abu vulkanik berwarna abu-abu dengan diameter <0.074 mm. Sampel dilakukan uji homogenisasi menggunakan alat homogenisasi. Sampel dimasukkan dalam botol polietilen sebanyak 100 mg. Kedua laboratorium menggunakan NIST 1633b sebagai kontrol dalam analisis unsur. Pada laboratorium AAN – PSTA digunakan larutan *stock* dari E-Merck untuk analisis kuantitatif.

### Preparasi Sampel

Sampel abu vulkanik dan SRM NIST 1633b (sebagai kontrol) ditimbang menggunakan timbangan semi mikro seberat 100 mg kemudian dimasukkan dalam vial polietilen selanjutnya dibungkus dengan plastik klip dan diberi kode sebagai identifikasi. Vial yang telah berisi sampel, standar, SRM dan vial kosong (sebagai blanko) dimasukkan dalam kelongsong C-20 dan siap diiradiasi menggunakan reaktor Kartini pada daya 100 kW.

### Pembuatan larutan standar

**Tabel 1.** Kandungan standar campuran yang digunakan untuk analisis kuantitatif.

Unsur	Vol. yang diambil (mL)	Konsentrasi ( $\mu\text{g}$ )
Al	1,00	1000
Fe	1,00	1000
Na	0,05	50
K	0,50	500
V	0,01	10
Ti	0,10	100
Si	1,00	1000
Mn	0,01	10
Mg	0,10	100
As	0,01	10
Cr	0,01	10
Zn	0,01	10

Pada penelitian yang dilakukan di laboratorium AAN – PSTA digunakan lautan standar campuran guna menentukan konsentrasi kandungan unsur dalam sampel (analisis kuantitatif). Larutan standar campuran dibuat dengan mengambil beberapa mL tertentu dari masing - masing larutan *stock* tiap-tiap unsur dengan kadar 1000 µg/mL sehingga diperoleh kandungan larutan standar campuran seperti pada Tabel 1.

### Iradiasi dan Pengukuran Sampel

Iradiasi dilakukan menggunakan fasilitas *Pneumatic System* di reaktor Kartini pada daya 100 kW dengan fluks neutron berkisar  $2 \times 10^{11} \text{ n.cm}^{-1}.\text{s}^{-1}$  selama 5 menit untuk unsur Al, Ti, Mn, Mg V dan Si. Unsur K, Na dan As diiradiasi 6 jam sedangkan unsur Fe, Cr dan Zn diiradiasi  $2 \times 6$  jam. Sampel, standar dan blanko diiradiasi pada waktu yang sama kemudian didinginkan selama 5 menit dan dicacah selama 300 detik untuk unsur Al, Ti, Mn, Mg V dan Si. Unsur K, Na, As didinginkan selama 2-3 hari dan dicacah selama 1000 detik sedangkan unsur Fe, Cr, Zn didinginkan 10-15 hari dan dicacah selama 5000 detik. Pengukuran sampel menggunakan spektrometer gamma dengan detektor HPGe yang dilengkapi *software* Genie 2000.

### Analisis Kualitatif dan Kuantitatif

Analisis kualitatif dalam metode AAN dilakukan berdasarkan energi karakteristik yang dipancarkan oleh setiap unsur metastabil setelah diaktivasi oleh neutron. Energi karakteristik tiap unsur berbeda-beda dengan kelimpahan tertentu. Pada umumnya unsur mempunyai 1-5 energi karakteristik dengan kelimpahan yang relatif besar. Untuk memastikan kandungan unsur dalam sampel perlu dilihat juga energi karakteristik lainnya jika unsur tersebut mempunyai lebih dari 1 energi karakteristik.

Analisis kuantitatif dilakukan dengan membandingkan *net area* spektrum tiap unsur dalam sampel dengan *net area* spektrum dari standar yang telah diketahui konsentrasinya. Perhitungan dilakukan dengan mengembalikan aktivitas tiap unsur ke waktu awal pasca iradiasi ( $t_0$ ). Saat sampel diiradiasi dengan waktu tertentu ( $t_i$ ), kemudian didinginkan pada waktu yang ditentukan ( $t_d$ ) selanjutnya sampel diukur dengan waktu ( $t_c$ ) sehingga konsentrasi unsur dapat dihitung dengan persamaan (1) dan (2).

$$C = A \left( m \cdot k \cdot \phi \cdot e^{-\lambda t_d} (1 - e^{-\lambda t_c}) (1 - e^{-\lambda t_i}) \right)^{-1} \quad (1)$$

dengan

$$k = \frac{\alpha \sigma \epsilon \gamma N_A}{M \lambda} \quad (2)$$

Dimana  $C$  adalah konsentrasi unsur dalam sampel (g/g),  $A$  adalah net area,  $m$  adalah berat sampel (g),  $\phi$  adalah fluks neutron ( $\text{cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ ),  $\sigma$  adalah *cross section* absorpsi selektif ( $\text{cm}^2$ ),  $\alpha$  adalah kelimpahan isotop dari unsur,  $\epsilon$  adalah efisiensi detector,  $\gamma$  adalah rasio energi foton dari unsur  $N_A$  adalah bilangan avogadro =  $6,023 \times 10^{23}$  atoms  $\text{g}^{-1} \text{ atom}^{-1}$ ,  $M$  adalah berat nuklida dari unsur (*amu*),  $k$  adalah konstanta peluruhan ( $\text{s}^{-1}$ ) [3]. Penggunaan SRM dalam penelitian ini dimaksudkan sebagai kontrol hasil analisis kuantitatif yang dilakukan. Apabila nilai SRM yang diperoleh dari pengukuran SRM jauh dari nilai sertifikat maka hasil analisis sampel dianggap tidak valid sedangkan jika hasil pengukuran SRM mendekati nilai sertifikat maka hasil analisis sampel dikatakan valid.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada preparasi, sebelum sampel dibagikan ke laboratorium-laboratorium untuk dianalisis maka perlu dilakukan uji homogenisasi sampel. Uji homogenitas dan stabilitas sampel dilakukan dengan mengukur sampel sebanyak 3 kali menggunakan spektrometer XRF. Sampel diambil secara acak sebanyak 10 titik pada sampel yang telah lolos 200 mesh dan telah dihomogenkan menggunakan alat homogenisasi. Pada uji homogenisasi sampel sebagai parameter uji digunakan unsur Sr dan Ba di mana hasil analisis sampel akan dilakukan uji statistik yaitu uji F. Hasil uji homogenitas sampel menggunakan spektrometer XRF disajikan pada Tabel 2, sedangkan hasil analisis statistik uji F disajikan pada Tabel 3.

Hasil uji statistik diketahui  $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$  dimana  $1,504 < 3,179$ , hal ini menunjukkan bahwa sampel tidak beda signifikan sekalipun diambil dari titik berbeda dalam satu wadah sampel. Sehingga sampel sudah dapat dikatakan telah homogen dan siap digunakan untuk program interkomparasi laboratorium [14,15].

**Tabel 2.** Hasil uji homogenitas sampel dengan parameter unsur Ba dan Sr menggunakan spektrometer XRF.

Sampel	Ba				Sr			
	1	2	3	rerata	1	2	3	rerata
1	643,699	641,123	645,923	643,582	546,564	544,097	541,975	544,212
2	652,192	654,236	656,984	654,471	501,459	502,712	507,045	503,739
3	623,542	631,875	626,972	627,463	523,870	511,904	519,984	518,586
4	650,678	654,421	651,077	652,059	533,973	528,875	530,751	531,200
5	600,876	609,663	607,981	606,173	528,057	522,887	529,091	526,678
6	649,491	645,312	643,297	646,033	532,004	530,812	535,421	532,746
7	666,877	658,342	653,87	659,696	510,905	514,544	511,078	512,176
8	609,988	623,219	610,512	614,573	528,997	526,096	528,911	528,001
9	663,687	660,578	661,096	661,787	558,465	556,006	559,043	557,838
10	635,912	640,902	638,643	638,486	522,224	525,750	521,866	523,280

**Tabel 3.** Hasil statistik uji F untuk mengetahui homogenitas sampel.

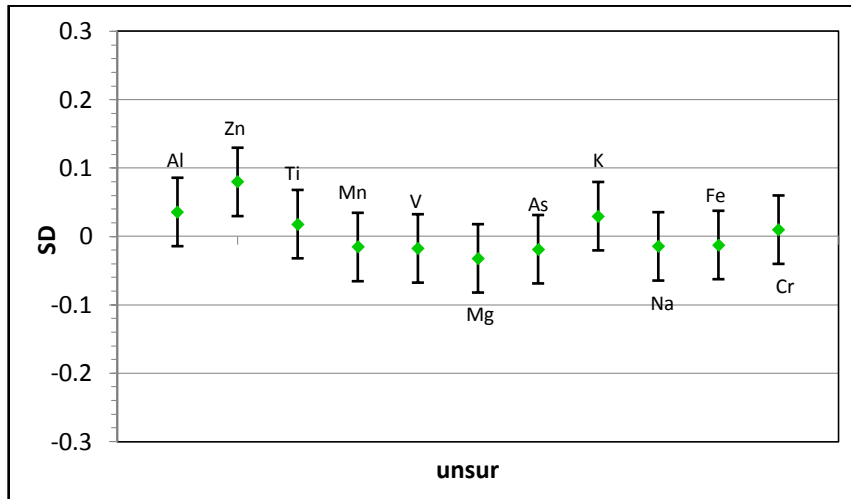
	Variable 1	Variable 2
Mean	640,432	527,845
Variance	357,226	237,481
Observations	10,000	10,000
df	9,000	9,000
F	1,504	
P(F <= f) one-tail	0,276	
F Critical one-tail	3,179	

Pada laboratorium AAN – PSTA, analisis sampel dilakukan menggunakan metode AAN relatif, sedangkan pada laboratorium AAN UT analisis sampel dilakukan menggunakan dua metode yang berbeda yaitu ICP-MS dan AAN *epithermal*. Dari hasil analisis, laboratorium AAN – PSTA mampu menyajikan data analisis 11 dari 12 unsur yang diminta, begitu pula dengan laboratorium AAN – UT. Hasil analisis yang disampaikan oleh UT merupakan rerata dari tiga metode yang digunakan, sedangkan data yang disajikan oleh laboratorium AAN – PSTA merupakan rerata dari 5 kali pengulangan analisis menggunakan metode AAN.

Analisis kualitatif dilakukan berdasarkan *isotope* masing-masing untuk unsur Al dilakukan dengan *isotope* <sup>28</sup>Al pada tenaga 1779 keV, unsur Mg dilakukan dengan *isotope* <sup>27</sup>Mg pada tenaga 1014 keV, unsur Mn dilakukan dengan *isotope* <sup>56</sup>Mn pada tenaga 1810,7 keV, unsur Ti dilakukan dengan *isotope* <sup>51</sup>Ti pada tenaga 320,1 keV, unsur V dilakukan dengan *isotope* <sup>52</sup>V pada tenaga 1434,1 keV, unsur As dilakukan dengan *isotope* <sup>76</sup>As pada tenaga 559,1 keV, unsur Na dilakukan dengan *isotope* <sup>24</sup>Na pada tenaga 1368,6 keV, unsur K dilakukan dengan *isotope* <sup>42</sup>K pada tenaga 1524,6 keV, unsur Cr dilakukan dengan *isotope* <sup>51</sup>Cr pada tenaga 320,1 keV, unsur Fe dilakukan dengan *isotope* <sup>59</sup>Fe pada tenaga 1099,2 keV, unsur Zn dilakukan dengan *isotope* <sup>65</sup>Zn pada tenaga 1115,6 keV.

Untuk memastikan kebenaran dari hasil analisis kuantitatif sampel maka dilakukan uji validasi metode. Uji validasi dilakukan dengan menggunakan SRM NIST 1633b *Constituent Elements in Coal Fly Ash*. Hasil validasi 12 unsur target hanya 11 unsur yang mempunyai hasil validasi memuaskan. Hasil analisis SRM NIST 1633b dibandingkan dengan nilai sertifikat untuk unsur Al, Zn, Ti, Mn, V, Mg, As, K, Na, Fe dan Cr mempunyai standar deviasi < 10%. Pada Gambar 1 dapat diketahui bahwa unsur Cr mempunyai standar deviasi paling kecil yaitu 0,975% hal ini disebabkan unsur Cr sangat sensitif terhadap neutron, selain itu puncak energi gamma

tunggal unsur Cr (320 keV) yang tidak terinterferensi puncak energi gamma lainnya membuat analisis kuantitatif mudah dilakukan dengan hasil yang memuaskan. Standar deviasi dengan nilai terbesar terdapat pada unsur Zn yaitu 7,956%. Pada analisis unsur Zn menggunakan neutron *thermal* kendala terbesar jika dalam sampel tersebut terdapat unsur Sc yang cukup tinggi sehingga mengganggu puncak unsur Zn. Unsur Sc merupakan unsur yang sangat sensitif terhadap neutron *thermal* karena *cross section* yang cukup besar 26,5 barn sedangkan *cross section* unsur Zn hanya 1,1 barn [13]. Unsur Si yang merupakan salah satu unsur target yang tidak dapat dilaporkan pada penelitian ini mempunyai *cross section* yang kecil yaitu 0,16 barn sehingga analisis menggunakan neutron *thermal* kurang sensitif untuk dilakukan. Kandungan Si pada SRM NIST 1633b adalah 23,02% akan tetapi hasil pengukuran menggunakan spektrometer gamma kurang memberikan puncak spektrum yang sangat kecil sehingga tidak mampu dilakukan analisis kuantitatif.



**Gambar 1.** Hasil validasi metode AAN menggunakan SRM NIST 1633b *Constituent Elements in Coal Fly Ash*.

Hasil analisis kuantitatif sampel abu vulkanik yang dilakukan oleh laboratorium AAN-PSTA diketahui bahwa terdapat kandungan unsur mayor, minor dan kelumit. Unsur mayor yang terdeteksi antara lain Al dengan konsentrasi  $10,104 \pm 0,742$  %, Fe dengan konsentrasi  $4,919 \pm 0,082$  %, Na dengan konsentrasi  $2,445 \pm 0,157$  % dan K dengan konsentrasi  $1,658 \pm 0,079$  %. Unsur minor yang terdeteksi pada sampel meliputi V dengan konsentrasi  $209,839 \pm 6,955$   $\mu\text{g/g}$ , Ti dengan konsentrasi  $0,426 \pm 0,043$  %, Mn dengan konsentrasi  $1379,735 \pm 61,022$   $\mu\text{g/g}$ , Mg dengan konsentrasi  $0,469 \pm 0,041$  % dan Zn dengan konsentrasi  $0,469 \pm 0,041$  %. Unsur kelumit yang terdeteksi pada sampel meliputi As dengan konsentrasi  $3,382 \pm 0,197$   $\mu\text{g/g}$  dan Cr dengan konsentrasi  $6,211 \pm 0,612$   $\mu\text{g/g}$ .

Dari hasil analisis yang disajikan pada Tabel 4 dapat diketahui bahwa konsentrasi rerata dari unsur yang sama dan ditentukan oleh dua laboratorium mempunyai nilai yang berdekatan jika mempunyai nilai SD dan rasio SD  $< 2,65$  dengan tingkat kepercayaan 95% [6,12] seperti pada unsur Al, Na, K, Fe, V, Mn, Ti, Cr dan As. Sedangkan unsur dengan nilai SD dan rasio  $> 2,65$  SD meliputi unsur Zn dengan nilai analisis beda signifikan dari dua laboratorium. Unsur Mg dan Si tidak dapat dianalisis karena hanya salah satu laboratorium yang melaporkannya sehingga tidak dapat dibandingkan. Penentuan Si pada laboratorium AAN-PSTA tidak dapat dilakukan karena Si mempunyai *cross section* yang rendah sehingga kebolehjadian terjadinya tumbukan dengan neutron *thermal* sangat sedikit [7,8]. Sehingga analisis Si sangat cocok dilakukan menggunakan metode *epithermal* seperti yang dilakukan pada laboratorium AAN-UT.

Tabel 4. Hasil analisis sampel abu vulkanik dari 2 laboratorium AAN.

Unsur	Laboratorium	Lab AAN – PSTA	SD	RSD	r <sup>2</sup>	Rasio Perbedaan
Al	AAN – PSTA	10,104 ± 0,742 %	1,887	18,670	0,453	1,107
	AAN – UT	9,130 ± 0,650 %	1,000	10,955		
Fe	AAN – PSTA	4,919 ± 0,082 %	1,651	4,840	0,721	0,913
	AAN – UT	5,390 ± 0,070 %	0,272	5,052		
Na	AAN – PSTA	2,445 ± 0,157 %	2,103	44,660	0,810	1,027
	AAN – UT	2,380 ± 0,150 %	0,718	30,162		
K	AAN – PSTA	1,658 ± 0,079 %	0,649	2,190	0,719	0,975
	AAN – UT	1,700 ± 0,070 %	0,290	1,722		
V	AAN – PSTA	209,839 ± 6,955 µg/g	28,654	38,210	0,583	1,019
	AAN – UT	206,000 ± 6,000 µg/g	24,061	40,806		
Ti	AAN – PSTA	0,426 ± 0,043 %	1,581	12,080	0,835	0,970
	AAN – UT	0,439 ± 0,032 %	0,990	13,515		
Si	AAN – PSTA	tidak dianalisis	-	-	-	-
	AAN – UT	25,500 ± 1,000 %	1,265	4,963		
Mn	AAN – PSTA	1379,735 ± 61,022 µg/g	106,105	7,744	0,724	1,030
	AAN – UT	1340,000 ± 60,000 µg/g	101,182	7,568		
Mg	AAN – PSTA	0,469 ± 0,041 %	52,249	11,330	-	-
	AAN – UT	tidak dianalisis	-	-		
As	AAN – PSTA	3,382 ± 0,197 µg/g	3,313	40,850	0,878	0,890
	AAN – UT	3,800 ± 0,237 µg/g	1,472	38,734		
Cr	AAN – PSTA	6,211 ± 0,612 µg/g	2,042	23,810	0,575	1,053
	AAN – UT	5,900 ± 0,680 µg/g	1,461	24,754		
Zn	AAN – PSTA	271,016 ± 9,128 µg/g	77,985	40,890	-0,024	2,581
	AAN – UT	105,000 ± 5,000 µg/g	6,950	6,619		

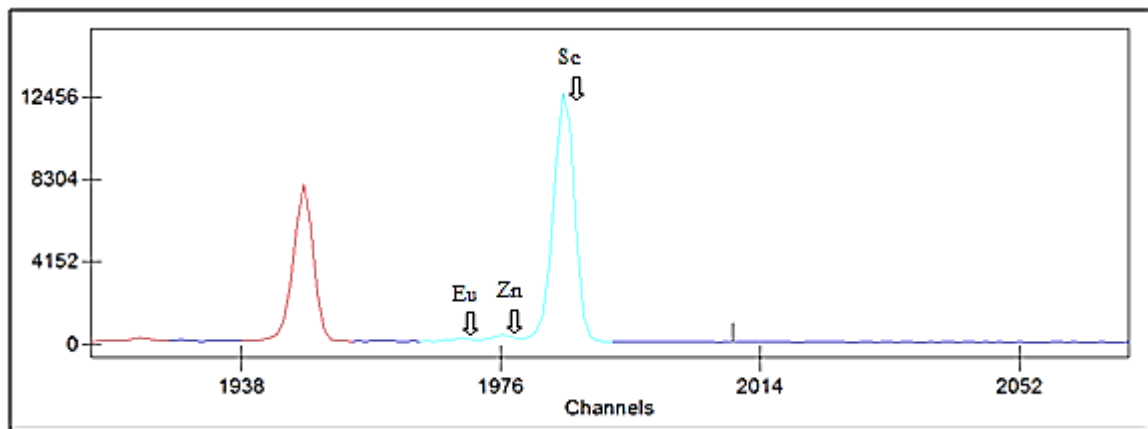
Untuk interpretasi yang lebih baik dari perbandingan hasil analisis dua laboratorium, dihitung nilai RSD dan rasio RSD untuk setiap elemen dan setiap laboratorium. Menurut Tabel 1, nilai RSD bervariasi antara 1,722% (K, Univ. Texas) dan 44,66 % (Na, PSTA). Nilai RSD dan rasio RSD juga dapat digunakan untuk mengetahui homogenitas suatu sampel dan kesalahan eksperimental [6,10,11,16]. Oleh karena itu, untuk membandingkan hasil analisis dari kedua laboratorium tidak hanya nilai RSD saja yang diperhatikan tetapi diperhitungkan pula nilai koefisien korelasi (r<sup>2</sup>) sehingga diketahui apakah nilai yang diberikan mempunyai beda signifikan atau tidak.

Dilihat dari nilai RSD dan nilai koefisien korelasi (r<sup>2</sup>) dari hasil analisis dua laboratorium seperti yang tertera pada Tabel 4 diketahui bahwa unsur yang mempunyai RSD rendah dan koefisien korelasi (r<sup>2</sup>) tertinggi terdapat pada unsur K, Mn, Ti dan Fe. Nilai RSD rendah dan koefisien korelasi dari kedua laboratorium menunjukkan bahwa perbandingan hasil analisis kedua laboratorium tersebut sangat baik dan saling berdekatan atau tidak beda signifikan [6,12].

Pada Tabel 4 dapat diketahui ada rasio perbedaan antara hasil analisis lab AAN-PSTA dengan lab AAN-UT. Rasio perbedaan tertinggi terdapat pada unsur Zn yaitu 2,581%. Perbedaan ini sangat signifikan di mana hasil analisis yang diperoleh menggunakan metode relatif hampir 2 kali lipat dari metode *epithermal* yang dilakukan lab AAN-UT. Dilihat dari hasil pengukuran menggunakan spektrometer gamma dapat diketahui bahwa spektrum Zn terletak di antara spektrum Eu (1112 keV) dan Sc (1120 keV) [4]. Pada Gambar 2 terlihat spektrum Sc sangat dominan dibandingkan Eu dan Zn. Puncak Sc yang dominan akan mempengaruhi *tailing* puncak Zn. Hal ini akan mempengaruhi *net area* puncak Zn sekalipun sudah menggunakan *software interatif peak* untuk menganalisis spektrum yang *overlapping* sehingga berimbas pada hasil analisis kuantitatifnya.

Analisis Zn menggunakan metode AAN *thermal* dapat pula dilakukan dengan *isotope* Zn metastabil pada tenaga 436 keV dengan waktu paruh 13,76 jam [4]. Analisis pada tenaga ini sangat baik karena tidak terinterferensi dengan tenaga lainnya. Analisis unsur Zn dapat juga dilakukan menggunakan isotop <sup>68m</sup>Zn. Akan tetapi untuk analisis dengan isotop <sup>68m</sup>Zn menggunakan reaktor Kartini daya 100 kW harus dilakukan pada waktu

iradiasi tertentu guna mencapai fluen neutron teraktivasi. Hasil analisis unsur Na mempunyai nilai koefisien korelasi ( $r^2$ ) tinggi yaitu 0,810 akan tetapi mempunyai nilai RSD yang tinggi sehingga hasil analisis dari kedua laboratorium tersebut belum dapat dikatakan terbaik berdasarkan perhitungan statistik dengan tingkat kepercayaan 95%.



Gambar 2. Spektrum Zn hasil pengukuran sampel abu vulkanik menggunakan spektrometer gamma.

## KESIMPULAN

Perbandingan hasil analisis laboratorium AAN-PSTA dan laboratorium AAN-Univ. Texas menunjukkan hasil yang memuaskan di mana dari 12 unsur target yang diminta, laboratorium AAN mampu menyajikan 11 unsur. Berdasarkan hasil perbandingan diketahui bahwa analisis unsur K, Mn, dan Fe dari kedua laboratorium mempunyai perbandingan yang sangat baik dan saling berdekatan, sekalipun kedua laboratorium menggunakan metode yang berbeda. Hal ini diketahui dari nilai RSD dan koefisien korelasi hasil analisis kedua laboratorium. Sedangkan dilihat dari perbedaan hasil diketahui bahwa hasil analisis unsur Al, Na, K, Fe, V, Mn, Ti, Cr dan As dari kedua laboratorium tidak beda signifikan. Dari 11 unsur yang dilaporkan, hanya unsur Zn yang mempunyai nilai berbeda signifikan untuk dua laboratorium.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada seluruh staf reaktor Kartini dan seluruh staf laboratorium AAN atas kerja sama yang baik dalam mengiradiasi, melakukan sampling dan preparasi sampel. Terima kasih juga disampaikan kepada Bonnie Canion, Camille Jacques dan Sheldon Landsberger yang telah ikut menganalisis sampel di laboratorium AAN-University of Texas USA.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] B. L. Pitblado, M. B. Cannon, H. Neff, C. M. Dehler, S. T. Nelson, "LA-ICP-MS Analysis of Quartzite from The Upper Gunnison Basin", Colorado, *Journal of Archaeological Science*, Vol. 40, Issue 4, 2196-2216, April (2013).
- [2] I.J. Kim, J.K. Suh, K.H. Cho, J.H. Jung, Y.C. Myoung and E. Hwang., "Interlaboratory Comparison for the Measurement of Bromine Contents In Plastic Samples Using Combustion Ion Chromatography", XX IMEKO World Congress Metrology for Green Growth September 9-14, *Busan, Republic of Korea* (2012).
- [3] N.M. A. Mohamed, A. G. Abo El-Nor, M. Soliman, A. Ahmed, A. Aal, M. K. Shaat, "INAA laboratory results evaluation of inter-laboratory analysis test", *J. Radioanal Nucl. Chem.* vol. 285, 321-329 (2010).

- [4] R.R. Greenberg, P. Bode, E.A. De Nadai Fernandes, "Neutron activation analysis: A primary method of measurement", *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, Vol. 66, Issues 3–4, 193-241, March–April (2011).
- [5] B.E. Canion, Characterization of Volcanic Ash from 2010 Mt Merapi, Indonesia Eruption by Neutron Activation Analysis and Leaching Analysis, *M.Sc Thesis*, Presented to the Faculty of the Graduate School of The University of Texas at Austin (2012).
- [6] S. Kongsria, W. Srinuttrakulb , P. Solab , A. Busamongkol, "Instrumental Neutron Activation Analysis of Selected Elements in Thai Jasmine Rice", *Energy Procedia* 89, 361-365 (2016).
- [7] B.E. Canion, C. Jacques, S. Landsberger, A. Taftazani, "Trace Analysis of Indonesian Volcanic Ash using Thermal and Epithermal Neutron Activation Analysis", *NUKLEONIKA* 57(4), 585-589 (2012).
- [8] M.E. Coleman, M.D. Glascock, J.D. Robertson, C. Cristache, K. Gméling, O. Culicov, M.V. Frontasyeva, M. Toma, O.G. Dului, "An ENAA and PGAA Comparative Study of Anoxic Black Sea sediments", *J. Radioanal Nucl. Chem.*, Vol. 279, No.1, 7-12 (2009).
- [9] Y. Fiamegos, M. Vahcic, H. Emteborg, J. Snell, G. Raber, F. Cordeiro, P. Robouch, B. de la Calle, "Determination of Toxic Trace Elements in Canned Vegetables. The Importance of Sample Preparation", *Trends in Analytical Chemistry* 85, 57-66 (2016).
- [10] R.G. Henderson, V. Verougstraete, K. Anderson, J.J. Arbildua, T.O. Brock, T. Brouwers, D. Cappellini, K. Delbeke, G. Herting, G. Hixon, I.O. Wallinder, P.H. Rodriguez, F. Van Assche, P. Wilrich, A.R. Oller, "Inter-laboratory Validation of Bioaccessibility Testing for Metals", *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, Vol. 70, Issue 1, October, 170-181 (2014).
- [11] M. Sykes, "Proficiency Testing for The Improvement of Analytical Practice", *Accred Qual Assur* vol. 17, 467-471 (2012).
- [12] A.L. Nichols, D.L. Aldama, M. Verpelli, *Handbook Of Nuclear Data For Safeguards*, IAEA, Vienna, Austria (2008).
- [13] S.T. Susanti, Samin, "Uji Homogenitas dan Stabilitas Kandidat SRM Natrium Zirkonat dengan Metode XRF", *Prosiding Pertemuan Dan Presentasi Ilmiah - Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan Dan Teknologi Nuklir*, 176-183 (2012).
- [14] K. Sobiech-Matura, B. Mate, T. Altitzoglou, "Radioactivity Monitoring in Foodstuff and Drinking Water - An Overview of Performance of EU Laboratories Based on Interlaboratory Comparisons", *Food Control* 72, 225-231 (2017).
- [15] I. Baer, H. Emteborg, B. De La Calle, "Results From Two Interlaboratory Comparisons On The Measurement Of Trace Element Contents In Food Supplements – State Of The Art Of Control Laboratories In Europe", *Food Chemistry* 126, 1498-1504 (2011).
- [16] E.E. Bockmon, A.G. Dickson, "An Inter - Laboratory Comparison Assessing The Quality of Seawater Carbon Dioxide Measurements", *Marine Chemistry*, Vol. 171, 20 April, 36-43 (2015).