

NOTE

COMPARISON TEST OF FNAAS AND AAS METHOD FOR Cu, Cd, Cr, AND Pb ANALYSIS OF CODE RIVER SEDIMENT (INDONESIA)**Uji Perbandingan Metoda AANC dan AAS untuk Analisis Cu, Cd, Cr, and Pb pada Sedimen Sungai Code (Indonesia)****Sunardi* and C. Supriyanto***Centre of Accelerator Technology and Material Process, National Nuclear Energy Agency, Jl. Babarsari P.O.Box 6101 Yk, Yogyakarta, Indonesia**Received 6 December 2007; Accepted 11 April 2008***ABSTRACT**

Comparison test of Fast Neutron Activation Analysis (FNAAS) and Atomic Absorption Spectrometry (AAS) method for analysis of Cu, Cd, Cr, Pb elements in Code river sediment samples has been done. Comparisons of test used Standard Reference materials (SRM) sample, covering the validation test, *t* test and *F* test for both method and then these methods were used to analyze the Code river sediment samples. Comparisons test result show that the validity of both method are around 92.69 % to 98.12 % and *t* test show that there is no significant difference in average concentration, *F* test of both methods show that there is no difference in accuracy. The analysis result of Code sediment using FNAAS for Cu, Cd, Cr, Pb are (15.41 – 53.92) ppm, (1.82 – 3.66) ppm, (14.72 – 87.28) ppm, (18.23 – 109.31) ppm respectively, while those using AAS method are (13.71 – 51.11) ppm, (1.64 – 3.33) ppm, (12.81 – 86.75) ppm, (15.74 – 105.53) ppm, respectively. Statistic result test using ANOVA method showed that the concentration of Cr are not significantly differences within sampling locations, while those for Cd, Cr, Pb show a significant difference within sampling location

Keywords: FNAAS, AAS, Cu, Cd, Cr, Pb, sediment samples**PENDAHULUAN**

Suatu laboratorium analisis perlu melakukan penelitian dan pengujian terhadap suatu bahan untuk memperoleh data-data yang memenuhi persyaratan BSN-101-1991 agar dapat menunjang pengakuan keberadaan laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi dalam rangka memberikan pelayanan kepada masyarakat yang memerlukan jasa pengujian menggunakan alat tersebut [1]. Metode pengujian yang ada harus selalu dikembangkan dan ditingkatkan mutunya, baik jenis metode pengujian maupun jenis parameternya sesuai dengan perkembangan ilmu dan teknologi. Indikator mutu metode pengujian adalah ketelitian, presisi dan batas deteksinya [2].

Selain itu laboratorium juga disyaratkan untuk berpartisipasi secara teratur dalam program uji profisiensi untuk menunjukkan kemampuan teknisnya, dengan tujuan untuk memudahkan kerjasama antar laboratorium dalam tukar-menukar informasi, pengalaman dan harmonisasi standar serta prosedurnya [3]. Adapun penerapan BSN-101-1991 bagi laboratorium untuk mencapai konsistensi mutu secara terencana, terkendali dan efisien, sehingga menjamin peningkatan mutu kegiatan operasional laboratorium secara berkesinambungan dan akan memberikan kepercayaan terhadap kemampuan laboratorium dalam menghasilkan data uji yang diinginkan secara konsisten. Oleh karena itu dilakukan uji banding metode *fast*

neutron activation analysis (FNAAS) dan *atomic absorption spectrometry* (AAS) sehingga menghasilkan hasil uji yang absah oleh laboratorium tersebut.

Pada prinsipnya, FNAAS adalah cuplikan yang dianalisis diaktivasi dengan neutron cepat yang dihasilkan oleh akselerator generator neutron. Akibat radiasi neutron maka inti-inti atom dalam cuplikan akan menangkap neutron dan menjadi radioaktif. Radioisotop yang dihasilkan tergantung pada jenis dan energi penumbuk dalam hal ini neutron cepat, jenis unsur yang terkandung dalam cuplikan serta jenis reaksi. Foton gamma yang dipancarkan oleh berbagai unsur dalam cuplikan dapat dianalisis dengan spektrometri gamma [4]. Metoda FNAAS merupakan teknik analisis multi unsur, cepat, akurat dan tak merusak cuplikan, dideteksi secara bersama/simultan, waktu yang diperlukan untuk analisis orde menit sampai puluhan menit.

AAS merupakan metoda analisis yang didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar (*ground state*). Penyerapan itu menyebabkan tereksitasinya elektron dalam kulit atom ke tingkat energi yang lebih tinggi (*excited state*). Pengurangan intensitas radiasi yang diberikan sebanding dengan jumlah atom pada tingkat energi dasar yang menyerap energi radiasi tersebut. Dengan mengukur intensitas radiasi yang diteruskan (transmitansi) atau mengukur intensitas radiasi yang

* Corresponding author. Tel. : +62-274-488435;
Fax: +62-274-487824; Email: sunardip3tm@batan.go.id

diserap (absorbansi), maka konsentrasi unsur dalam cuplikan dapat ditentukan [5].

Perkembangan industri di Indonesia saat ini sangat pesat, demikian juga di pulau Jawa, terutama di Yogyakarta, sehingga tidak menutup kemungkinan terjadi pencemaran lingkungan yang akhirnya berdampak pada manusia. Akibat dampak negatif dari pesatnya pembangunan disegala bidang, tanpa disadari telah menyebabkan banyaknya bahan buangan yang masuk ke badan air, sehingga menyebabkan kualitasnya menurun. Terdapatnya peningkatan buangan limbah ke sungai yang mengandung senyawa logam beracun, cepat atau lambat akan merusak ekosistem perairan, karena logam berat sukar mengalami pelapukan baik secara kimia, fisika maupun biologis [6].

Pada aliran Sungai Code terdapat industri-industri baik itu industri rumah tangga maupun perhotelan dan rumah sakit serta sarana lainnya yang dapat menurunkan kualitas air. Industri rumah tangga maupun perhotelan, rumah sakit dan semakin padatnya penduduk di sekitar Sungai Code juga turut memberikan kontribusi bahan pencemar pada perairan sungai Code tersebut [7]. Pencemaran logam berat di lingkungan perairan pada tingkat tertentu dapat mengganggu kesehatan manusia karena sifatnya yang beracun, tidak dapat dirombak dan dihancurkan oleh organisme hidup, dan dapat terakumulasi dalam tubuh organisme termasuk manusia. Diantara logam berat yang sangat beracun yang dapat menyebabkan kematian dan gangguan kesehatan adalah Pb, Hg, Cd, Cr, As, Sb, Ti, dan U.

Tujuan penelitian ini adalah untuk membandingkan hasil uji unsur Cu, Cd, Cr, Pb dengan metoda FNAA dan AAS, sehingga akan diperoleh data yang dapat dipercaya dan valid menggunakan kedua metode tersebut. Dengan data hasil uji kedua metode akan diperoleh konfirmasi bahwa kedua metode tersebut dapat memenuhi persyaratan tujuan penggunaannya, yaitu melalui unjuk kerja yang bersangkutan dan mendapatkan bukti atau hasil uji yang absah.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan yang digunakan adalah SRM 8704, SRM soil 7, cuplikan Cu, Cd, Al dari *standard activation foil* [8] buatan San Carlos, cuplikan sedimen sungai Code, sumber standar Cs-137, Co-60 dan Eu-152

Alat

Peralatan yang digunakan adalah akselerator generator neutron untuk aktivasi cuplikan, PC/AT dan accuspec, perangkat spektrometer gamma dengan detektor HPGe, BIN modul, ampul polietilen, timbangan analitik yang terkalibrasi, stopwatch yang terkalibrasi,

pinset. Unit spektrometer serapan atom, lampu katoda unsur Cu, Cd, Pb, Cr, gelas piala, corong pisah mikropipet, pengaduk, peralatan *bomb digester*, labu ukur.

Prosedur Kerja

Sampling

Untuk data awal pengambilan cuplikan, ditentukan 11 lokasi sepanjang sungai Code dari lokasi Boyong sampai Jembatan Pacar Wonokromo, Bantul [6], seperti ditampilkan pada Tabel 1. Sumber pencemar yang secara terus-menerus melakukan pembuangan limbah cair ke dalam sungai Code sebanyak 19 kegiatan mencakup sektor pariwisata, sektor industri, sektor kesehatan sejak dari hulu hingga hilir [7].

Preparasi cuplikan

Cuplikan sedimen digerus menggunakan portal porselin, diayak hingga lolos 100 mesh dan dihomogenkan. Masing-masing cuplikan untuk analisis AAS ditimbang dengan berat 0,2 g, dimasukkan dalam tabung teflon, dibasahi dengan akuatrides, ditambah 200 μ L asam nitrat, kemudian dimasukkan kedalam tungku pemanas dan dipanaskan pada suhu 150° C selama 4 jam. Hasil pelarutan dituang ke dalam gelas beker Teflon, dan dipanaskan di atas penangas pasir, hasil pemanasan didinginkan dan dituang dalam labu takar 10 mL, larutan siap dianalisis. Preparasi untuk analisis AANC cuplikan adalah dengan membersihkan dari kotoran, kemudian digerus dengan mortal porselin hingga halus dan homogen, ditimbang dengan berat tertentu dan ditempatkan pada wadah ampul polietilen yang siap diaktivasi dengan neutron cepat.

Uji presisi alat

Metode AANC dan AAS divalidasi dengan tujuan untuk memperoleh hasil pengujian yang absah/valid. Jika diperoleh nilai akurasi, presisi, sensitivitas yang

Tabel 1. Hasil pengukuran lokasi sampling terhadap derajat, menit dan detik bujur timur dan lintang selatan menggunakan GPS

No.	Tempat	Bujur timur	Lintang selatan
1.	Puncak Turgo	110° 25 566"	07° 35 065"
2.	Jembatan Boyong	110° 24 750"	07° 37 436"
3.	Jembatan Sinduharjo	110° 23 359"	07° 43 365"
4.	Jembatan Ringroad Utara	110° 22 499"	07° 45 108"
5.	Jembatan Sarjito	110° 22 223"	07° 46 720"
6.	Jembatan Tukangan	110° 22 182"	07° 47 648"
7.	Jembatan Tungkak	110° 22 478"	07° 48 927"
8.	Jembatan Karang Kajen	110° 22 511"	07° 49 529"
9.	Jembatan Ringroad Selatan	110° 22 517"	07° 50 176"
10.	Jembatan Ngoto	110° 22 519"	07° 50 527"
11.	Jembatan Pacar Wonokromo	110° 22 999"	07° 22 361"

tinggi dan nilai batas deteksi yang rendah, berarti metode uji tersebut valid. Hasil uji dibandingkan dengan data yang tertera dalam data sertifikat.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Validasi metode uji AANC dan AAS

Validasi metode uji menggunakan *SRM Soil 7* dan *SRM 8704*. Hasil analisis unsur terhadap *SRM* kemudian dibandingkan dengan kadar masing-masing unsur dalam sertifikat, dan ditentukan nilai validitasnya. Tabel 2 memperlihatkan data hasil validasi metode uji AANC dan AAS dengan standar acuan *SRM 8704* dan *SRM soil 7*

Pada Tabel 2 terlihat bahwa nilai validitas untuk unsur *Cu*, *Cd*, *Pb*, *Cr* pada metode AANC dalam kisaran 92,67 % sampai 97,08 % dan validitas metode AAS dalam kisaran 94,77 % sampai 98,12 %. Penelitian yang baik adalah jika diperoleh nilai validitas yang besar atau mendekati 100%, karena nilai validitas menunjukkan kedekatan hasil uji rata-rata dengan nilai sebenarnya [9]. Dengan hasil validasi seperti pada Tabel 2 terlihat bahwa hasil uji AANC dan AAS ada kesesuaian antara hasil uji rerata dengan nilai sebenarnya dalam sertifikat, sehingga metode AANC dan AAS untuk analisis unsur *Cu*, *Cd*, *Pb*, *Cr* dapat dikatakan baik dan layak digunakan. Acuan [8] menyebutkan bahwa syarat validitas metode uji dikatakan baik adalah apabila nilainya terletak antara 90 % sampai 110 %, sehingga pengujian unsur dengan metode AANC dan AAS yang dilakukan, cukup valid dan layak digunakan untuk.

Dengan data seperti pada Tabel 2. maka dilakukan uji *t* yaitu cara untuk menentukan apakah ada perbedaan rerata sesuatu variabel antara dua kelompok

yang berbeda yaitu dua metode yang berbeda yaitu AANC dan AAS

Uji *t* dilakukan dengan menggunakan rumus yang dipakai adalah [10]:

$$t = \frac{|x_1 - x_2|}{\sqrt{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}}} \quad (1)$$

dengan:

x_1 dan x_2 = rerata sampel metode 1 dan metode 2
 s_1 dan s_2 = simpangan baku sampel metode 1 dan 2
 n_1 dan n_2 = jumlah pengulangan

Untuk mempermudah pemahaman dalam menentukan perbedaan rerata dengan cara uji *t* maka data pada Tabel 2 dapat ditentukan nilai rata-rata, simpangan mutlak maupun simpangan relatif dan hasil perhitungan nilai *t* metode AANC maupun metode AAS ditampilkan pada Tabel 3.

Tabel 2. Data validasi metode AANC dan AAS

Unsur	Massa (g)	Hasil pengukuran (g)		Nilai validitas rata-rata (%)	
		AANC	AAS	AANC	AAS
Cu	0,04351	0,03919	0,04712	96,57	94,77
		0,04585	0,03987		
		0,04098	0,04571		
Cd	2,05401	2,05567	2,04211	97,08	98,12
		2,06407	2,06112		
		2,03342	2,07670		
Pb	1,03022	1,00156	0,95631	96,52	95,66
		0,97465	0,99782		
		1,01972	1,02743		
Cr	1,04902	0,98721	0,99430	92,67	95,46
		0,98984	1,07252		
		1,12407	1,11391		

Tabel 3. Hasil penentuan parameter dengan metode FNAAS dan AAS

Unsur	Rata-rata uji (g)		Simpangan mutlak		Simpangan kuadrat		Simpangan relatif (%)	
	FNAAS	AAS	FNAAS	AAS	FNAAS	AAS	FNAAS	AAS
Cu	0,04201	0,04423	0,00256	0,00291	$6,57 \cdot 10^{-7}$	$8,47 \cdot 10^{-7}$	6,09	6,58
Cd	2,05105	2,05998	0,01176	0,01191	$1,38 \cdot 10^{-5}$	$1,42 \cdot 10^{-5}$	5,73	5,78
Pb	0,99864	0,99382	0,016	0,025	$2,56 \cdot 10^{-5}$	$6,25 \cdot 10^{-5}$	1,60	2,52
Cr	1,03371	1,06024	0,0602	0,04396	$3,63 \cdot 10^{-4}$	$1,9310^{-4}$	5,80	4,15

Tabel 4. Hasil analisis unsur dengan metoda AANC dan AAS

Lokasi	Pb (ppm)		Cd (ppm)		Cu (ppm)		Cr (ppm)	
	AANC	AAS	AANC	AAS	AANC	AAS	AANC	AAS
1	38,19 ± 0,97	43,27±0,98	3,28±0,087	3,07±0,098	15,41±0,97	13,71±0,16	54,81±1,07	55,22±1,11
2	18,23 ± 0,51	15,74±0,32	2,11±0,074	1,71±0,069	37,78±1,05	39,11±0,38	49,75±1,10	47,94±0,94
3	29,46 ± 0,57	27,63±0,47	2,01±0,056	1,76±0,038	23,59±0,95	20,12±0,28	14,72±0,45	12,81±0,34
4	77,51 ± 1,11	76,85±0,89	3,20±0,076	3,33±0,089	23,54±0,91	20,22±0,19	86,91±1,99	89,28±1,89
5	65,87 ± 1,07	67,95±0,82	3,38±0,087	2,90±0,084	22,02±0,94	21,95±0,29	35,32±0,87	31,30±0,75
6	34,75 ± 0,76	35,34± 0,91	3,22±0,086	2,95±0,088	33,03±1,05	31,51±0,99	28,43±0,73	26,73±0,63
7	78,21 ± 1,12	76,14±1,15	2,33±0,056	2,66±0,091	38,29±1,10	36,37±1,10	36,67±0,86	34,54±0,72
8	91,88 ± 1,29	95,40±1,78	3,66±0,087	3,06±0,094	53,92±1,87	51,11±1,23	58,01±0,97	61,43±0,98
9	96,79 ± 1,31	94,37±1,82	3,32±0,089	3,04±0,099	40,59±1,59	37,59±1,19	87,28±1,11	86,75±1,57
10	109,31 ± 1,49	105,53±1,56	2,45±0,069	2,26±0,068	22,89±0,98	21,67±0,97	33,37±0,79	32,48±0,81
11	99,75 ± 1,32	98,66±1,49	1,82±0,049	1,64±0,059	19,75±0,83	18,12±0,87	30,81±0,88	28,80±0,62

Dengan data pada Tabel 3 maka dapat ditentukan nilai uji t_t menggunakan persamaan (3) dan diperoleh nilai t_t untuk unsur Cu, Cd, Pb dan Cr adalah sebagai berikut 2,02; 2,92; 0,86 dan 1,95. Menurut [9] menyebutkan bahwa tingkat perbedaan dengan signifikansi 5 % adalah 2,28, sedangkan hasil uji t_o pada unsur Cu, Pb, Cr diperoleh nilai t_t dibawah 2,28, hal ini dapat dikatakan bahwa tidak ada perbedaan rerata hasil uji baik dengan metode FNAA maupun AAS untuk analisis unsur Cu, Pb, Cr, sedangkan nilai pada uji t_t pada unsur Cd diperoleh nilai t_t lebih tinggi dari nilai t_o pada signifikansi 5 % yaitu 2,92 hal ini berarti ada perbedaan rerata hasil uji antara metode FNAA maupun AAS, tetapi nilai ini masih dibawah nilai t_t pada tingkat signifikansi 1 % yaitu 3,169.

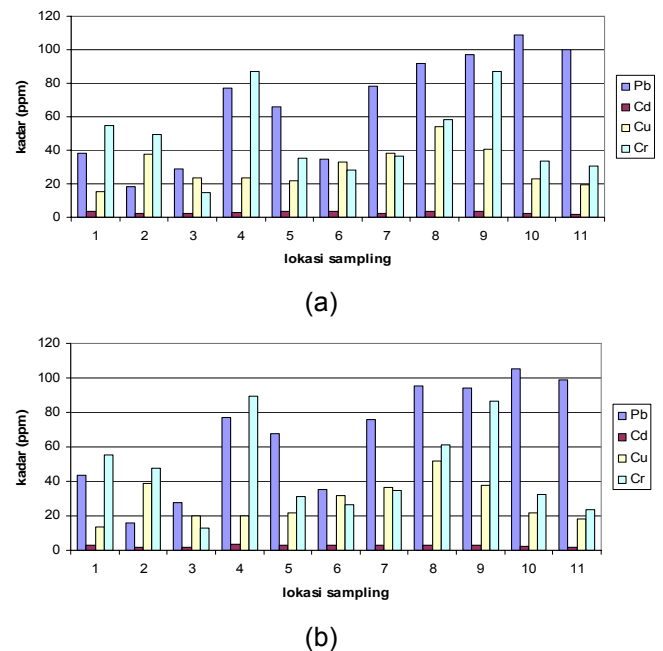
Evaluasi uji F yaitu untuk menentukan kecermatan metode yang digunakan adalah besar atau kecilnya variansi hasil pengukuran yang dilakukan berulang, makin kecil variansi hasilnya makin cermat pada metode yang digunakan. Uji F dapat ditentukan dengan persamaan [10]:

$$F_0 = \frac{S_{AAS}^2}{S_{AANC}^2} \quad (2)$$

Dengan data pada Tabel 2 dan 3, dan menggunakan persamaan (4) dapat ditentukan nilai F_o dan hasil perhitungan nilai F_o untuk unsur Cu, Cd, Pb dan Cr adalah sebagai berikut: 1,3; 1,03; 1,02 dan 1,88. Menurut [9] menyebutkan bahwa nilai F_t untuk taraf signifikansi 5 % adalah 5,05, sedang dalam penelitian ini diperoleh hasil uji dengan metode AANC dan AAS pada analisis unsur Cu, Cd, Pb, Cr diperoleh nilai F_o dibawah nilai 5,05, atau dapat dikatakan tidak ada perbedaan kecermatan antara metode AANC dan AAS. Pada unsur Cu dan Pb diperoleh bahwa simpangan relatif metode AANC lebih kecil daripada simpangan relatif metode AAS, sehingga dapat disimpulkan metode AANC lebih cermat dari pada metode AAS dalam hal untuk analisis Cu dan Pb, tetapi pada analisis unsur Cd dan Cr diperoleh nilai simpangan relatif metode AAS lebih kecil dari pada simpangan relatif metode AANC, sehingga metode AAS lebih cermat dari pada metode AANC pada analisis Cd dan Cr.

Dari Tabel 2 terlihat bahwa validitas metode AANC dan AAS di atas 90 % hal ini menyatakan bahwa kedua metode layak dan valid untuk analisis unsur pada cuplikan padatan, karena validitas yang baik adalah antara 90 % sampai 100 %.

Setelah metode AANC dan AAS dilakukan analisis dalam cuplikan SRM dengan hasil validitas metode AANC dan AAS, yang layak masing-masing dalam rentang kisaran 92,67 % sampai 97,08 %, dan 94,77 % sampai 98,12 % serta dilakukan uji t maupun uji F dinyatakan tidak ada perbedaan rerata hasil uji maupun tidak ada perbedaan kecermatan antara kedua metode, maka dalam penelitian ini metode AANC dan AAS



Gambar 1. Distribusi hasil analisis unsur Pb, Cd, Cu, Cr sungai Code dengan metode (a) AANC dan (b) AAS

diaplikasikan untuk uji unsur dalam cuplikan sedimen sungai Code Yogyakarta. Tabel 4 memperlihatkan hasil analisis kadar unsur Pb, Cd, Cu, Cr, dengan metoda AANC dan AAS pada cuplikan sedimen sungai Code dari lokasi sampling 1 sampai lokasi sampling 11, sedang Gambar 1a dan 1b memperlihatkan distribusi kadar unsur Pb, Cd, Cu dan Cr sungai Code dalam diagram batang.

Kandungan tertinggi unsur Pb, Cd, Cu dan Cr pada uji menggunakan metode AANC masing-masing 109,31, 3,72, 53,92 dan 87,28 ppm, sedang analisis dengan AAS diperoleh masing-masing kadar unsur adalah 105,53, 3,33, 51,71 dan 89,28 ppm. Dari kedua metode yang digunakan diperoleh hasil uji yang tidak jauh berbeda, perbedaan masing-masing unsur pada tiap-tiap lokasi tidak melebihi 10 %, hal ini menunjukkan bahwa kedua metode menunjukkan hasil uji yang baik dan ada kesebandingan antara kedua metode tersebut atau tidak ada perbedaan ketepatan antara metode tersebut.

Salah satu kontributor dari tingginya tingkat pencemaran yang terjadi di sungai Code adalah tingginya kegiatan industri yang terdapat di wilayah tersebut, dan tidak menutup kemungkinan industri-industri tersebut membuang limbah yang mengandung unsur logam berat ke badan sungai, baik secara langsung maupun tidak langsung yaitu dengan sistem pengolahan limbah terlebih dahulu.

Hingga saat ini belum ada peraturan yang mengatur tentang kadar maksimum pencemar yang boleh terkandung dalam endapan sungai di Indonesia, hal ini sangat ironis mengingat makin tingginya tingkat

Tabel 5. Hasil analisis metoda ANOVA

Cr	Jumlah kuadrat	Df	Rerata kuadrat	F	Sig
Diantara grup	2182.402	10	218.240	16.65	.001
Didalam grup	2096.405	11	131.025	6	
Total	4278.807	21			
Pb	Jumlah kuadrat	Df	Rerata kuadrat	F	Sig
Diantara grup	105.028	10	105.028	.881	.362
Didalam grup	1907.511	11	119.219		
Total	2012.540	21			
Cu	Jumlah kuadrat	Df	Rerata kuadrat	F	Sig
Diantara grup	1447.061	10	144.705	.031	1.000
Didalam grup	50841.827	11	4621.084		
Total	52288.888	21			
Cd	Jumlah kuadrat	Df	Rerata kuadrat	F	Sig
Diantara grup	27.854	10	2.785	.991	.032
Didalam grup	153.089	11	12.974		
Total	180.943	21			

Tingkat signifikansi $\alpha = 0,05$; Ho ditolak jika $\text{sig} < \alpha = 0,05$

pencemaran. Berdasarkan *Screening Quick Reference Table for Inorganics in Solids* [11] yang diterbitkan oleh NOAA, kadar maksimum unsur Pb diperbolehkan ada dalam endapan adalah 127 ppm, sedangkan untuk unsur Cd adalah 3 ppm, unsur Cu adalah 86 ppm, unsur Cr adalah 95 ppm.

Untuk mengetahui hubungan kadar unsur antar lokasi sampling dilakukan uji statistik dengan menggunakan metoda ANOVA [12]. Hasil keluaran dari metoda ANOVA ditampilkan pada Tabel 5, kaidah keputusan yang diambil dengan derajat kepercayaan (α) = 95 % atau tingkat signifikansi $\alpha = 0,05$.

Dari Tabel 5. terlihat bahwa unsur Cr dengan Sig = 0,001 < $\alpha = 0,05$, Ho ditolak, artinya tidak ada perbedaan secara signifikan antara rata-rata kadar Cr untuk setiap lokasi sampling, sedang unsur Pb, Cd, Cr tingkat signifikansi masing-masing 0,362; 1,000; 0,32 hal ini lebih besar nilai signifikansi 0,05 artinya Ho diterima atau ada perbedaan secara signifikan antara rata-rata kadar unsur Pb, Cd, Cr untuk setiap lokasi sampling.

KESIMPULAN

Setelah dilakukan analisis dan uji banding dengan metode AANC dan AAS dengan hasil validitas metode AANC dan AAS, masing-masing dalam rentang kisaran 92,67 % sampai 97,08 %, dan 94,77 % sampai 98,12 % serta dilakukan uji *t* maupun uji *F* dinyatakan tidak ada perbedaan rerata hasil uji, juga tidak ada perbedaan kecermatan antara kedua metode tersebut. Aplikasi kedua metode untuk uji sedimen, diperoleh hasil uji yang tidak jauh berbeda, perbedaan masing-masing unsur pada tiap-tiap lokasi tidak melebihi 10 %, hal ini menunjukkan bahwa kedua metode menunjukkan hasil uji yang baik dan ada kesebandingan antara kedua

metode tersebut. Berdasarkan data persyaratan jaminan mutu maka dapat disimpulkan bahwa metode AANC dan AAS cukup valid digunakan untuk analisis unsur Pb, Cd, Cu, Cr dalam cuplikan, karena nilai simpangan kurang dari 10 % sesuai yang dipersyaratkan oleh KNAPPP. Dengan validasi metode AANC dan AAS diperoleh konfirmasi bahwa kedua metode tersebut dapat memenuhi persyaratan tujuan penggunaannya, yaitu melalui unjuk kerja yang bersangkutan dan mendapatkan bukti atau hasil validasi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada Sdr. Suraji dan Sdr. Wasito yang telah membantu dalam aktivasi cuplikan dan operasi alat AAS.

DAFTAR PUSTAKA

1. Badan Standarisasi Nasional (BSN), 2000, *Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi, SNI 19-17025-2000*. Jakarta.
2. Anonim, 2002, *Pedoman KNAPPP 02-2002, tentang Persyaratan Umum Kompetensi Pranata Penelitian dan Pengembangan*, Jakarta
3. Hadi, A., 2000, *Sistem Manajemen Mutu Laboratorium, Sesuai ISO/IEC 17025-2000, General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories*, Gramedia Pustaka Utama, Jakarta
4. Nargolwalla, S.S., and Prsybylowicz, E.P., 1973, *Activation Analysis with Neutron Generators*, John Wiley and Sons, New York.
5. Narsito, 1996, *Prinsip Dasar dan Aplikasi Spektrometri Serapan Atom*, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
6. Palar, H., 2004, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, PT. Rineka Cipta, ISBN. 979-518-595-0, Jakarta
7. BAPEDALDA Yogyakarta, 2003, *Prokasih Propinsi DIY*, Badan Penanggulangan Dampak Lingkungan Derah Istimewa Yogyakarta.
8. Anonim, 1996, *Material Data Sheet, Reactor Experiments, Inc.*, 963 Terminal Way, San Carlos, California 94070
9. Sumardi, 2001, *Validasi Metode Analisis*, Badan Standarisasi Nasional, BSN, Jakarta.
10. Sukarjo, 1989, *Analisis Varians dalam Bidang Kimia Analisis*, BATAN, Yogyakarta.
11. Buchman, M., 1999, *Screening Quick Reference Tables NOAA*, Seattle, Washington.
12. Singgih, S., 2003, *Mengolah Data Statistik Secara Profesional SPSS Versi 10*, Elex Media Komputindo, Jakarta.