

KOMPARASI METODE ANALISIS AKTIVASI NEUTRON DENGAN SPEKTROMETRI SERAPAN ATOM PADA ANALISIS UNSUR Zn DALAM SAMPEL MAKANAN

Endah Damastuti, Syukria Kurniawati dan Natalia Adventini

Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri – Badan Tenaga Nuklir Nasional
Jln. Tamansari No 71, Bandung – 40132
Email: ed_picca@batan-bdg.go.id

ABSTRAK.

KOMPARASI METODE ANALISIS AKTIVASI NEUTRON DENGAN SPEKTROMETRI SERAPAN ATOM PADA ANALISIS UNSUR Zn DALAM SAMPEL MAKANAN. Zn sebagai salah satu mikronutrien memiliki peran penting dalam sistem metabolisme tubuh manusia. Zn dibutuhkan oleh tubuh dalam jumlah yang sesuai dari asupan makanan. Kadar unsur Zn dalam makanan umumnya sangat rendah sehingga dibutuhkan teknik analisis yang memiliki selektivitas dan sensitivitas yang tinggi seperti analisis aktivasi neutron (AAN) dan spektrometri serapan atom (SSA). Pada kegiatan ini, dilakukan komparasi kedua metode tersebut dalam menganalisis Zn dalam sampel makanan. Tujuan dari kegiatan ini ialah untuk mengetahui kesesuaian kedua metode tersebut dan meningkatkan kemampuan menganalisis unsur Zn dalam sampel makanan. Kedua metode tersebut divalidasi dengan menganalisis unsur Zn dalam SRM NIST 1548a Typical Diet kemudian diuji akurasi dan presisinya. Dari hasil validasi diperoleh kadar Zn menggunakan AAN adalah $25,1 \pm 2,14$ mg/kg dan SSA adalah $24,1 \pm 1,40$ mg/kg sedang nilai sertifikat adalah $24,6 \pm 1,80$ mg/kg. Persen bias relatif, %KV, nilai μ -test dan nilai HORRAT untuk AAN adalah 2 %, 8,5%, 0,18 dan 0,9, sedangkan %bias relatif, %KV, nilai μ -test dan nilai HORRAT(Horwitz ratio) untuk SSA adalah 2%, 5,8 %, 0,20 dan 0,6. Kadar Zn yang diperoleh dari berbagai sampel makanan dengan menggunakan AAN dan SSA, secara berturut-turut, berkisar antara 13,7 – 29,3 mg/kg dengan nilai rata-rata 19,8 mg/kg dan 11,2 – 26,0 mg/kg dengan nilai rata-rata 17,3 mg/kg. Hasil tersebut menunjukkan, baik metode AAN maupun SSA tidak memberikan hasil analisis yang berbeda nyata dan kedua metode tersebut dapat diaplikasikan dengan baik untuk penentuan unsur Zn dalam sampel makanan.

Kata kunci: komparasi metode, AAN, SSA, HORRAT, Zn, sampel makanan

ABSTRACT.

METHOD COMPARISON OF NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS AND ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY FOR DETERMINATION OF ZINC IN FOOD SAMPLES. Zinc as a micronutrient, has important roles in human metabolism system. It is required by the body in appropriate amount from food intake. Due to the very low concentration of Zinc in food, high selectivity and sensitivity analysis technique is required for the determination, such as Neutron Activation Analysis (NAA) and Atomic Absorption Spectrometry (AAS). In this experiment, both methods were compared in zinc analysis of food samples. The subject of this experiment is to examine of those methods conformity and improving the technique capability in zinc analysis in food sample. Those methods were validated by analyzing zinc in SRM NIST 1548a Typical Diet and were tested its accuracy and precision. The results of Zn concentration were 25.1 ± 2.14 mg/kg by NAA and 24.1 ± 1.40 mg/kg by AAS while the certificate value was 24.6 ± 1.80 mg/kg. Percentage of relative bias, %CV, μ -test score and HORRAT(Horwitz ratio) value given by NAA were 2%, 8.5%, 0.18 and 0.9 respectively, while %relative bias, %CV, μ -test score and HORRAT value given by AAS were 2%, 5.8 %, 0.20 and 0.6 respectively. The result obtained for Zn concentration in various food samples by NAA and AAS were varied from 13.7 – 29.3 mg/kg with mean value 19.8 mg/kg and 11.2 – 26.0 mg/kg with mean value 17.3 mg/kg

respectively. From these results, it showed that NAA and AAS methods have no significant difference and were well-applied to determine Zn in food sample.

Key words: method comparison, NAA, AAS, HORRAT, Zn, food samples

1. PENDAHULUAN

Unsur runutan esensial memiliki peran penting dalam kesehatan manusia. Unsur runutan esensial dibutuhkan oleh tubuh dalam jumlah kurang dari 100 mg/hari [1-2]. Unsur runutan masuk ke dalam tubuh manusia, terutama, melalui makanan. Defisiensi unsur runutan dalam tubuh dapat menyebabkan gangguan kesehatan dan penyakit kronik, sebaliknya dalam konsentrasi yang berlebih, unsur runutan bersifat toksik dan dapat membahayakan kesehatan manusia [3]. Seng (Zn) merupakan salah satu unsur runutan esensial dalam tubuh manusia dengan kelimpahan terbanyak dan dapat ditemukan dalam hampir semua jaringan tubuh. Zn berperan penting dalam sekitar 300 reaksi enzimatik dan berbagai aktivitas hormonal [4-5]. Zn mendukung kekebalan tubuh, dibutuhkan dalam penyembuhan luka, metabolisme tulang, me-melihara indera perasa, penciuman serta penglihatan dan diperlukan dalam sintesis DNA [5-6]. Defisiensi Zn pada manusia dapat menyebabkan gangguan pertumbuhan, perkembangan otak yang tidak normal, gangguan pada sistem reproduksi, sistem kekebalan tubuh, mental dan kehilangan selera makan [7-8]. Sedangkan toksisitas Zn dalam tubuh menyebabkan efek akut dan kronik serta diketahui mempunyai hubungan dengan pengurangan kadar *High Density Lipoprotein* (HDL) melemahnya fungsi imunitas dan rendahnya status Cu dalam tubuh [2]. Oleh karena itu, penentuan kadar unsur Zn dalam makanan menjadi penting untuk dilakukan.

Kadar unsur Zn dalam makanan pada umumnya sangat rendah, sehingga dalam penentuannya dibutuhkan teknik analisis yang memiliki selektivitas dan sensitivitas yang baik, seperti analisis aktivasi neutron (AAN) dan spektrometri serapan atom (SSA). Spektrometri serapan atom merupakan metode analisis unsur yang banyak digunakan, selain karena memiliki selektivitas dan sensitivitas yang cukup baik, juga merupakan metode analisis dengan biaya yang relatif murah. Namun, metode analisis SSA ini memerlukan proses pelarutan sampel. Dalam proses pelarutan ini, dibutuhkan berbagai

pereaksi terkadang dalam jumlah yang cukup banyak serta peralatan pendukung lainnya seperti *microwave digestion* [9].

Kelemahan metode SSA dalam preparasi sampel dapat diatasi oleh metode AAN. Analisis aktivasi neutron merupakan metode analisis unsur berbasis teknik nuklir yang spesifik dengan sensitivitas yang tinggi (mencapai orde ng/g). Metode analisis AAN tidak membutuhkan proses pelarutan sampel, sehingga preparasi sampel menjadi lebih mudah. Namun metode AAN membutuhkan fasilitas reaktor nuklir untuk iradiasi sampel, sehingga biaya analisis yang ditimbulkan relatif lebih mahal.

Metode AAN dan SSA dapat digunakan untuk penentuan unsur makro (*macro elements*) hingga unsur runutan (*trace elements*) baik secara kualitatif ataupun kuantitatif dalam berbagai jenis sampel [9]. Baik metode AAN ataupun AAS digunakan dalam berbagai kegiatan penelitian dan kegiatan lainnya di Laboratorium TAR PTNBR BATAN, maka untuk menguatkan hasil analisis dari kedua metode tersebut perlu dilakukan komparasi metode AAN dan AAS. Komparasi metode AAN dan AAS pada kegiatan ini bertujuan untuk meningkatkan kemampuan analisis serta untuk mengetahui kesesuaian kedua metode tersebut dalam menganalisis unsur Zn dalam makanan.

Untuk mengetahui apakah metode analisis sesuai dengan penggunaan yang dikehendaki yaitu untuk analisis unsur Zn dalam sampel makanan, perlu dilakukan validasi metode. Validasi metode yang dilakukan pada kegiatan ini mencakup uji akurasi dan presisi. Komparasi metode AAN dan AAS dilakukan dengan membandingkan tingkat akurasi dan presisi masing-masing metode yang diperoleh dari hasil validasi, serta membandingkan hasil analisis unsur Zn dalam berbagai sampel makanan yang diperoleh dengan menggunakan kedua metode tersebut.

2. TEORI

Analisis Aktivasi Neutron (AAN) didasarkan pada iradiasi suatu nuklida stabil AZ

dengan neutron melalui reaksi inti ${}^AZ(n,\gamma)A+1Z$ [10]. Unsur radioaktif ini akan memancarkan radiasi sinar gamma yang karakteristik. Radioaktivitas ini dinamakan radioaktivitas imbas.

Besarnya radioaktivitas imbas suatu nuklida pada saat setelah iradiasi dapat dihitung dengan persamaan:

$$A_0 = \frac{N_c \lambda e^{\lambda t_D}}{(1 - e^{-\lambda t_c})} \quad (1)$$

dimana A_0 adalah radioaktivitas imbas pada saat iradiasi selesai, N_c adalah jumlah cacahan pada puncak energi γ , λ adalah konstanta peluruhan, t_D adalah selisih waktu setelah iradiasi dan mulai pencacahan dan t_c adalah waktu pencacahan [10].

Dalam kegiatan ini, digunakan teknik analisis aktivasi neutron dengan metode pembandingan. Pada metode ini, standar dan sampel diiradiasi bersama-sama sehingga diperoleh kondisi yang sama pada saat iradiasi. Sehingga kadar unsur dalam sampel dapat dihitung dengan membandingkan aktivitas sampel (A_{sampel}) dengan aktivitas standar (A_{std}) yang diketahui kadarnya. Perhitungan kadar unsur dalam sampel dihitung dengan persamaan:

$$W_{\text{sampel}} = W_{\text{std}} \frac{A_{\text{sampel}}}{A_{\text{std}}} \quad (2)$$

dengan W_{sampel} adalah massa sampel, W_{std} adalah massa standar, A_{sampel} adalah aktivitas sampel dan A_{std} adalah aktivitas standar

Prinsip metode SSA adalah penyerapan (absorpsi) radiasi oleh atom-atom bebas dalam nyala. Absorpsi radiasi atom-atom bebas sebanding dengan konsentrasinya, dikenal sebagai hukum Lambert-Beer:

$$A = -\log \frac{I_t}{I_0} = a b c \quad (3)$$

dengan: A = Absorbansi, I_t = Intensitas sinar yang diteruskan; I_0 = Intensitas sinar awal; a = absorpsivitas; b = panjang cuplikan; c = konsentrasi cuplikan [9]. Analisis kuantitatif SSA dilakukan dengan melakukan pembandingan absorbansi sampel relatif terhadap absorbansi larutan standar melalui suatu kurva kalibrasi sehingga diperoleh konsentrasi sampel.

Validasi adalah konfirmasi melalui pengujian dan pengadaan bukti yang obyektif bahwa persyaratan tertentu untuk suatu maksud

husus dipenuhi. Validasi suatu metode analisis perlu dilakukan untuk metode yang tidak baku, metode baku yang digunakan di luar lingkungannya, dan penegasan serta modifikasi metode baku untuk mengkonfirmasi bahwa metode tersebut sesuai untuk penggunaan yang dikehendaki [11]. Validasi metode AAN dan SSA pada kegiatan ini dilakukan dengan menganalisis kadar unsur Zn dalam SRM NIST 1548a *Typical Diet*. Parameter validasi metode dalam kegiatan ini mencakup akurasi dan presisi. Akurasi merupakan kesesuaian antara hasil analisis dengan nilai benar dan dinyatakan dalam % bias relatif yang diperoleh melalui persamaan:

$$\% \text{Bias} = \frac{|X_{\text{uji}} - X_{\text{sert}}|}{X_{\text{sert}}} \times 100\% \quad (4)$$

dimana X_{uji} adalah nilai hasil analisis, X_{sert} adalah nilai sertifikat [12]. μ -test juga digunakan untuk menguji keakuratan suatu metode. μ -test dilakukan untuk mengetahui apakah ada perbedaan signifikan antara hasil analisis dengan nilai sertifikat dengan menggunakan persamaan [13]:

$$\mu_{\text{test}} = \frac{|X_{\text{sert}} - X_{\text{uji}}|}{\sqrt{\text{unc}_{\text{sert}}^2 + \text{unc}_{\text{uji}}^2}} \quad (5)$$

dimana X_{uji} adalah nilai hasil analisis, X_{sert} adalah nilai sertifikat, unc_{uji} adalah ketidakpastian hasil analisis dan unc_{sert} adalah ketidakpastian dari sertifikat. Nilai μ -test yang diperoleh dari hasil perhitungan dibandingkan dengan nilai kritis yang tercantum dalam tabel t -statistic (Tabel 1) untuk menentukan apakah hasil analisis berbeda secara signifikan dengan nilai sertifikat pada berbagai tingkatan probabilitas [12]. Kriteria penerimaan akurasi ditetapkan pada tingkat kepercayaan 95% (nilai $\mu < 1,95$) yang berarti bahwa kemungkinan tidak ada beda signifikan antara hasil analisis dengan nilai sertifikat sehingga dapat diambil kesimpulan bahwa suatu metode analisis memiliki akurasi yang baik.

Presisi dinyatakan sebagai simpangan baku relatif atau koefisien variasi (%KV) yang dinyatakan dalam persamaan berikut [14]:

$$\%KV = \frac{SD}{\bar{X}} \cdot 100\% \quad (6)$$

dimana SD adalah standar deviasi hasil analisis dan \bar{X} adalah rata-rata hasil analisis. Kriteria

penerimaan presisi suatu metode ditetapkan berdasarkan nilai rasio Horwitz (HORRAT). Rasio Horwitz (untuk ripitabilitas) diperoleh dari persamaan:

$$\text{HORRAT} (r) = \frac{RSD_r}{PRSD_R} \quad (7)$$

dimana $PRSD_R$ adalah standar deviasi relatif Horwitz ($PRSD_R = \sigma_H = 2^{1-0,5 \log C}$) dengan C adalah fraksi konsentrasi dan RSD_r adalah simpangan baku relatif ripitabilitas [15-17]. Kriteria penerimaan presisi (ripitabilitas) untuk validasi metode adalah bila nilai HORRAT berada pada rentang 0,3 – 1,3 [16-17]. Suatu metode dikatakan valid, bila masuk dalam kriteria penerimaan akurasi dan presisi.

Tabel 1. Tabel *t*-statistic

No	Nilai	Status Hasil Analisis terhadap Nilai Sertifikat
1	$\mu < 1,64$	Hasil yang dilaporkan tidak beda nyata dari nilai sertifikat
2	$1,95 > \mu > 1,64$	Hasil yang dilaporkan kemungkinan tidak beda nyata dengan nilai sertifikat
3	$2,58 > \mu > 1,95$	Tidak jelas beda nyata antara hasil yang dilaporkan dengan nilai sertifikat
4	$3,29 > \mu > 2,58$	Hasil yang dilaporkan kemungkinan beda nyata dari nilai sertifikat
5	$\mu > 3,29$	Hasil yang dilaporkan beda nyata dari nilai sertifikat

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*. Sampel makanan yang diperoleh adalah nasi rames di PTNBR, nasi rames dari daerah Yogya-Solo (YS), Kroya-Gombong-Banjar (KGB), Lembang (Lbg), Slawi-Brebes (SB) dan Brebes (Brbs), nasi soto, bakso, nasi gudeg, nasi timbel serta nasi rames dari daerah Bandung yang digunakan sebagai cuplikan kontrol. Pereaksi

yang digunakan HNO₃ 65% p.a E-Merck, HClO₄ 60% p.a E-Merck, HF 40% p.a E-Merck dan H₃BO₃ E-Merck.

Peralatan yang digunakan ialah alat *freeze dryer* Karl Kolb, *blender* bermata titan, seperangkat spektrometer sinar γ multi saluran HPGe Canberra, fasilitas iradiasi *Rabbit System* Reaktor G.A.Siwabessy Serpong, Spektrofotometer Serapan Atom GBC 932AA, *Microwave Digestion* Milestone Ethos 1, *vial* polietilen serta peralatan penunjang lainnya. Untuk menghindari kontaminasi unsur logam, penggunaan peralatan yang terbuat dari unsur logam dihindari.

3.2. Pengambilan sampel makanan

Pengambilan sampel makanan siap santap dilakukan dengan menggunakan metode *Duplicate Diet*. Sampel makanan siap santap yang dikumpulkan berupa 1 porsi makan siang atau makan malam orang dewasa beserta buah dan kudapan serta air minumnya. Satu porsi sampel makanan masing-masing ditempatkan di dalam wadah plastik yang sudah dicuci berdasarkan jenis makanannya. Untuk pengumpulan sampel makanan siap santap dari tempat yang jauh diperlukan termos es dengan kualitas yang baik agar makanan tidak cepat rusak.

3.3. Preparasi sampel makanan

Setiap jenis makanan dalam satu sampel ditimbang satu per satu lalu dicampur dan dihaluskan dengan *blender* bermata titan. Penimbangan tiap jenis makanan digunakan untuk menghitung kalori total dari setiap sampel makanan. Sampel yang telah halus dan diketahui beratnya dimasukkan ke dalam labu bundar berukuran 250 mL, kemudian didinginkan dalam *freezer* pada suhu -40°C selama satu malam. Labu yang berisi sampel, dikering-bekukan dengan bantuan pompa vakum dan suhu pengering-beku diatur pada -55°C. Pengeringan pertama dilakukan selama 2 x 24 jam. Setelah alat diistirahatkan, pengeringan dilanjutkan hingga diperoleh berat sampel yang konstan. Sampel yang telah kering, dihaluskan menggunakan lumpang dan alu berbahan teflon di dalam ruang *laminar air flow*, kemudian dihomogenkan dengan cara dikocok dalam wadah plastik. Setelah halus dan homogen, sampel ditempatkan di dalam botol polietilen bertutup yang bersih dan diberi kode.

3.4. Preparasi sampel makanan untuk AAN

Sampel makanan yang telah halus dan homogen ditimbang sejumlah kira-kira 50 mg dan ditempatkan dalam vial polietilen lalu disegel dengan cara pemanasan. Sampel siap diiradiasi. Hal yang sama dilakukan pada bahan acuan standar NIST 1548a *Typical Diet*.

3.5. Preparasi sampel makanan untuk AAS

Sampel makanan yang telah halus dan homogen ditimbang sejumlah $\pm 1,0$ g, ditempatkan dalam *vessel* polietilen lalu ditambah 10 mL HNO₃ p.a 65%, 0,5 mL HClO₄ p.a 60%, 1 ml HF p.a 40% dan 1 mL H₃BO₃. Sampel kemudian dilarutkan menggunakan *microwave digestion* pada suhu 200°C dan daya 1000 W selama 20 menit. Sampel makanan yang telah larut, dikisatkan di atas *hot plate* menggunakan *beaker nalgene* dan kemudian diencerkan dengan air suling dalam labu takar 25 mL. Hal yang sama dilakukan pada bahan acuan standar NIST 1548a *Typical Diet*.

3.6. Pembuatan larutan standar untuk AAN

Satu mL larutan standar stok Zn dengan konsentrasi 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 ialah 1 µg/mL.

3.7. Pembuatan larutan standar seri untuk SSA

Dibuat pengenceran bertahap larutan standar Zn dari kadar 4000 mg/L menjadi 10 mg/L. Dari standar kerja 10 mg/L dipipet 4, 10, 20 dan 40 mL lalu masing-masing diencerkan dengan air suling dalam labu takar 100 mL. Konsentrasi standar seri Zn adalah 0,4; 1; 2 dan 4 mg/L.

3.8. Iradiasi dan pengukuran sampel dengan AAN

Sampel bersama standar diiradiasi menggunakan fasilitas iradiasi *Rabbit System* di Reaktor G.A. Siwabessy Serpong dengan daya 15 MW selama 1 jam. Sampel yang telah diiradiasi, didinginkan selama lebih dari 1 bulan dan kemudian dicacah menggunakan

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

3.9. Pengukuran sampel dengan SSA

Sampel, standar dan bahan acuan standar (SRM) NIST 1548a *Typical Diet* diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom GBC 932AA metode *flame* pada panjang gelombang 213,9 nm.

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada kegiatan ini, dilakukan validasi metode yang meliputi uji akurasi dan presisi. Validasi metode AAN dan SSA menggunakan 3 replikat bahan acuan standar (SRM) 1548a *Typical Diet*. Hasil analisis yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan nilai sertifikat SRM 1548a [18]. Persen (%) bias relatif dan nilai μ -test dihitung untuk mengetahui tingkat akurasinya, sedang untuk tingkat presisinya dihitung nilai %KV dan nilai HORRAT. Hasil analisis penentuan unsur Zn menggunakan metode AAN dalam SRM 1548a *Typical Diet*, %bias relatif, %KV, nilai μ -test dan nilai HORRAT dapat dilihat pada Tabel 2. Sedang, hasil analisis penentuan unsur Zn menggunakan metode SSA dalam bahan acuan standar NIST 1548a *Typical Diet*, %bias relatif, %KV, nilai μ -test dan nilai HORRAT diperlihatkan dalam Tabel 3. Dari Tabel 2 dan 3 terlihat bahwa hasil analisis unsur Zn menggunakan metode AAN ataupun SSA bila dibandingkan dengan nilai sertifikat memberikan hasil dengan akurasi yang baik. Nilai μ -test yang dihasilkan antara metode AAN dan SSA (0,18 dan 0,20 secara berturut-turut) lebih kecil dari 1,95, yang berarti bahwa akurasi hasil analisis menggunakan metode AAN dan SSA dapat diterima.

Tabel 2 dan 3 memperlihatkan besarnya nilai %KV yang diperoleh dari kedua metode masih berada di bawah 10% yang berarti bahwa presisi metode AAN dan SSA cukup baik. Berdasarkan nilai HORRAT yang diperoleh, baik metode AAN dan SSA memiliki nilai berada pada rentang 0,3-1,3. Hal ini menunjukkan bahwa presisi hasil analisis menggunakan AAN ataupun SSA dapat diterima. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa metode AAN dan SSA cukup sah (*valid*), sesuai dengan penggunaan untuk analisis unsur Zn dalam makanan dan selektif dilihat dari kemampuan menganalisis unsur Zn yang baik, serta data yang diperoleh dapat dipercaya.

Tabel 2. Hasil analisis unsur Zn, %bias, KV, nilai μ -test dan HORRAT menggunakan metode AAN

Kode Sampel	Hasil Analisis (mg/kg)	Rata-rata (mg/kg)	Nilai Sertifikat
SRM 1548a (1)	25,1 ± 1,4	25,1 ± 2,1	24,6 ± 1,7
SRM 1548a (2)	27,2 ± 2,4		
SRM 1548a (3)	23,0 ± 1,3		
% bias relatif		2%	
% KV		8,5%	
Nilai μ -test		0,18	
Nilai HORRAT		0,9	

Tabel 3. Hasil analisis unsur Zn, %bias, %KV, nilai μ -test dan HORRAT menggunakan metode SSA

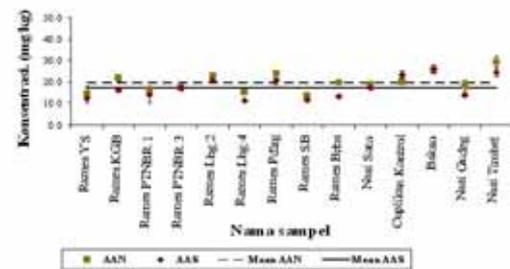
Kode Sampel	Hasil Analisis (mg/kg)	Rata-rata (mg/kg)	Nilai Sertifikat
SRM 1548a (1)	23,5 ± 3,9	24,1 ± 1,4	24,6 ± 1,7
SRM 1548a (2)	25,8 ± 2,7		
SRM 1548a (3)	23,2 ± 4,8		
% bias relatif		2%	
% KV		5,8%	
Nilai μ -test		0,20	
Nilai HORRAT		0,6	

Komparasi metode AAN dan SSA dilakukan dengan membandingkan tingkat akurasi dan presisi. Dari Tabel 2 dan 3 terlihat bahwa metode AAN dan SSA memiliki nilai % bias relatif yang sama, yaitu sebesar 2%, yang menunjukkan bahwa metode AAN dan SSA memiliki tingkat akurasi yang relatif sama untuk analisis unsur Zn dalam sampel makanan. Asumsi ini diperkuat dengan nilai μ -test dari kedua metode tersebut yang tidak begitu jauh berbeda. Bahkan nilai μ -test dari metode AAN (0,18) dan SSA (0,20), keduanya berada di bawah 1,64. Dilihat dari Tabel 1, nilai μ test < 1,64 menunjukkan bahwa hasil analisis yang diperoleh tidak ada beda signifikan terhadap nilai sertifikat/acuan.

Persen (%) KV yang diperlihatkan pada Tabel 2 dan 3 menggambarkan presisi hasil

analisis tersebut. Persen (%) KV yang dihasilkan dari hasil analisis menggunakan AAN lebih besar dari hasil analisis menggunakan SSA, hal ini dapat dikarenakan oleh ketidak seragaman fluks neutron yang terjadi pada saat melakukan iradiasi, sehingga terjadi perbedaan hasil pada tiap replikat. Dari Tabel 2 dan 3 dapat dilihat bahwa presisi pengukuran, yang ditunjukkan oleh besarnya nilai standar deviasi relatif terhadap hasil pengukuran, pada metode AAN lebih baik daripada metode SSA, yang menunjukkan bahwa keberulangan pembacaan/pengukuran oleh spektrometer gamma lebih baik dari spektrometer serapan atom. Namun demikian, bila dilihat dari %KV dan nilai HORRAT, metode AAN dan SSA memiliki presisi yang baik untuk analisis unsur Zn dalam makanan.

Selanjutnya metode AAN dan AAS digunakan untuk menganalisis unsur Zn dalam berbagai sampel makanan yang diperoleh dengan metode *Duplicate Diet*, yaitu berdasarkan porsi makan orang dewasa. Hasil pengukuran unsur Zn dalam berbagai sampel makanan menggunakan AAN memberikan rentang kadar 13,7 – 29,3 mg/kg dengan rerata 19,8 mg/kg. Sedang hasil pengukuran unsur Zn dalam berbagai sampel makanan menggunakan SSA memberikan rentang kadar 11,2 – 26,0 mg/kg dengan rerata 17,3 mg/kg. Hasil analisis unsur Zn menggunakan metode AAN dan SSA disajikan dalam Gambar 1.

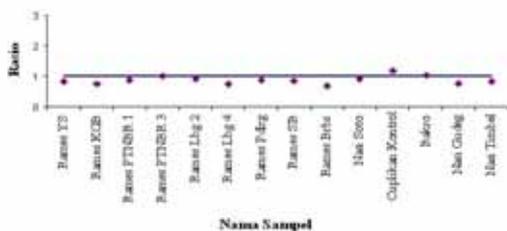


Gambar 1. Hasil analisis unsur Zn menggunakan AAN dan SSA

Gambar 1 menunjukkan bahwa hasil analisis unsur Zn menggunakan kedua metode memberikan rerata kadar yang tidak jauh berbeda dan presisi pengukuran yang cukup baik. Kadar unsur Zn yang diperoleh pada masing-masing sampel makanan dengan menggunakan metode AAN dan SSA sebagian besar mendekati satu sama lainnya.

Perbandingan hasil analisis unsur Zn dalam berbagai sampel makanan yang diperoleh menggunakan AAN dan SSA diperlihatkan pada Gambar 2. Rasio hasil analisis SSA terhadap AAN memberikan rentang 0,7-1,2. Gambar 2 menunjukkan bahwa rasio hasil analisis unsur Zn dalam berbagai sampel makanan menggunakan SSA terhadap AAN sebagian besar mendekati nilai 1, yang menunjukkan bahwa kadar unsur Zn yang diperoleh menggunakan SSA mendekati kadar Zn yang diperoleh menggunakan AAN.

Secara keseluruhan hasil analisis unsur Zn pada sampel makanan menunjukkan bahwa metode AAN dan SSA memberikan hasil analisis yang relatif sama dan kedua metode tersebut baik untuk diaplikasikan pada analisis unsur Zn dalam sampel makanan



Gambar 2. Rasio kadar unsur Zn dalam berbagai sampel makanan menggunakan metode SSA terhadap metode AAN

5. KESIMPULAN

Hasil validasi metode menunjukkan bahwa metode AAN dan SSA merupakan metode yang sah dan sesuai untuk penentuan unsur Zn dalam sampel makanan. Perbandingan metode AAN dan SSA dalam menganalisis unsur Zn dalam berbagai sampel makanan memberikan hasil yang relatif sama dengan tingkat akurasi dan presisi yang sama baiknya, sehingga kedua metode tersebut dapat diaplikasikan dengan baik secara bergantian atau untuk saling menguatkan hasil analisis unsur Zn pada berbagai sampel makanan.

6. DAFTAR PUSTAKA

1. AKPANYUNG, E.O., Major and Trace Element Levels in Powdered Milk, Pakistan Journal of Nutrition, 5, (3) (2006) 198-202.
2. FRAGA, C.G., Review: Relevance,

- Essentiality and Toxicity of Trace Elements In Human Health, Molecular Aspect of Medicine, 26 (2005) 235-244.
3. RAO, A.N., (2005, Jan-March). Editorial: Trace Element Estimation – Methods & Clinical Context. J Health Allied Scs [Online]. 4(1), pp. 1-9. Available-at: <http://cogprints.ecs.soton.ac.uk/view/subjects/OJHAS.html>, diakses 2008.
4. TAPIERO, H., TOWNSEND, D.M., TEW, K.D., Review: Trace Elements in Human Physiology and Pathology: Zinc and Metallothioniens, Biomedicine and Pharmacotherapy, 57, (2003) 399-411.
5. TOURMAA, T.E., Adverse Effects of Zinc Deficiency: A Review From The Literature, Journal of orthomolecular medicine, 10, (3-&4) (1995) 149-164.
6. ANONYMOUS. Facts about Dietary Supplements: Zinc. Clinical Nutrition Services, Warren Grant Magnuson Clinical Center, Office of Dietary Supplements, National Institutes of Health, 2002.
7. GOLDHABER, S.B., Trace Element Risk Assessment: Essentiality vs. Toxicity, Regulatory Toxicology and Pharmacology, 38, (2003) 232-242.
8. NAIDU, G.R.K., DENSCHLAG, H.O., MAUERHOFER, E., PORTE, N., BALAJI, T., Determination of Macro, Micro Nutrient and Trace Element Concentrations in Indian Medicinal and Vegetable Leaves using Instrumental Neutron Activation Analysis, Applied Radiation and Isotopes, 50, (1999) 947-953.
9. ADVENTINI, N., MUHAYATUN, LESTIANI, D.D., Perbandingan AAN dan SSA untuk Penentuan Unsur Zn Dalam Cuplikan Rambut (Prosiding Seminar Nasional AAN, Bandung 22 Oktober 2008), Forum AAN Indonesia-Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri, Bandung, 2008.
10. PARK, K., KANG, N., Instrumental Neutron Activation Analysis of Mass Fractions of Toxic Metals in Plastic, Talanta, 73, (2007) 791-794.
11. ISO/IEC 17025:2005 Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi.
12. SHAKHASHIRO, A., MABIT, L., Results of An IAEA Inter-Comparison Exercise to Assess ¹³⁷Cs and Total ²¹⁰Pb Analytical Performance in Soil, Applied Radiation and Isotopes, 67 (2009) 139-146
13. YUSUF, S., RUKIHATI, KUNTORO, I.,

- Uji Banding Antar Laboratorium AAN Terhadap Cuplikan Lingkungan (Prosiding Seminar Nasional AAN, Bandung 22 Oktober 2008), Forum AAN Indonesia-Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri, Bandung, 2008.
14. HARMITA, Review Artikel: Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1 (3) (2004) 117-135.
 15. ANONYMOUS, The Amazing Horwitz Function, Thompson, M., Ed., *AMC Technical Brief 17* (2004 July). Royal Society of Chemistry 2004
 16. ANONYMOUS, Definitions and Calculations of HORRAT Values from Intralaboratory Data. Available at: www.aoac.org/dietsupp6/dietary-supplement-web-site/horrrat_for_slv.doc. diakses pada tanggal 18 Maret 2009.
 17. MASSART, D.L., SMEYERS-VERBEKE, J., HEYDEN, Y.V., (2005, October 1), Benchmarking for Analytical Methods: The Horwitz Curve. Available at: <http://chromatographyonline.findanalytichem.com>. diakses tanggal 18 Maret 2009.
 18. NIST, 2004, "Certificate of Analysis Standard Reference Material 1548a Typical Diet", NIST, Gaithersburg, USA, Certificate Issues Date October 26.