

VALIDASI SOFTWARE BATAN BANDUNG NAA UTILITY MENGUNAKAN SRM MAKANAN DAN BAHAN PANGAN

Diah Dwiana Lestiani, Muhyatun, Syukria Kurniawati, Natalia Adventini

Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri
Jln. Tamansari 71, Bandung, 40132

ABSTRAK

VALIDASI SOFTWARE BATAN BANDUNG NAA UTILITY MENGGUNAKAN SRM MAKANAN DAN BAHAN PANGAN. Teknik analisis aktivasi neutron berbasis metode relatif telah digunakan secara luas dalam berbagai bidang, akan tetapi metode ini memiliki berbagai keterbatasan, sehingga dikembangkan teknik analisis aktivasi neutron yang berbasis metode absolut k₀. Untuk menunjang sasaran tersebut, BATAN Bandung telah menghasilkan software BATAN Bandung-NAA Utility untuk analisis spektrometri Gamma sebagai bagian dari k₀ BATAN. Pada penelitian ini, dilakukan validasi software Bandung-NAA Utility dengan mengaplikasikan software tersebut pada analisis sampel standard reference materials-SRM yang difokuskan pada matriks makanan seperti SRM NIST 1566b Oyster Tissue dan matriks bahan pangan seperti SRM NIST 1567a Wheat flour/WF dan 1568a Wheat flour/RF. Hasil pengolahan menggunakan software BATAN Bandung-NAA Utility untuk unsur waktu paro pendek seperti Al, Ca, Mg dan Mn pada SRM WF masing-masing berkisar 5.45-6.03, 180-208, 445-491 dan 8.4-9.4 mg/kg dengan dengan relatif bias masing-masing sebesar -0.4, 2.4, 17.1 dan -5.3%, dan recovery masing-masing sebesar 100, 102, 117 dan 95%, sedangkan pada SRM RF masing-masing berkisar 4.15-4.66, 129-133, 533-682 dan 18.46-19.50 mg/kg, dengan relatif bias masing-masing 0.2, 11.1, 8.5 dan -5.1% dan recovery masing-masing 100, 111, 108 dan 95%. Untuk unsur iradiasi menengah seperti As, Na dan K, pada analisis SRM Oyster Tissue diperoleh hasil konsentrasi As sebesar 6.65-8.30, dengan nilai recovery sebesar 87-109%, sedangkan untuk unsur Na dan K pada SRM WF diperoleh hasil masing-masing berkisar 1216-1223 mg/kg, dengan recovery sebesar 91-92% dan 5.7-7.3 mg/kg dengan recovery 93-119%. Untuk unsur Zn pada sampel SRM WF dan RF memberikan nilai rerata masing-masing 19.8 dan 11,8 mg/kg (nilai sertifikat masing-masing 19.4 dan 11.6 mg/kg) dengan recovery 102 dan 101%. Hasil yang diperoleh memiliki akurasi dan presisi yang baik, yang menunjukkan bahwa software tersebut layak digunakan dan memiliki kemampuan yang setara dengan software komersial lainnya.

Kata kunci: Bandung-NAA Utility, metode absolut k₀, AAN, validasi, SRM

ABSTRACT

VALIDATION OF SOFTWARE BATAN BANDUNG NAA UTILITY USING FOODS AND FOOD INGREDIENT SRM. Neutron activation analysis based on relative method is widely used in many fields, but this method has limitation which enforcing the development of NAA based on k₀ method. In line with k₀ development, BATAN Bandung has made a program software utility named BATAN Bandung NAA Utility to analyze for spectrum from gamma spectrometry to be used as one of internal program in k₀-BATAN software. In this study, the validation of software BATAN Bandung NAA utility using foods and foods ingredient standard reference materials SRM such as SRM NIST 1566b Oyster Tissue and food ingredients SRM such as SRM NIST 1567a wheat flour/WF and SRM NIST 1568a Wheat flour/RF. Data analysis using software BATAN Bandung NAA utility for short lived radionuclides Al, Ca, Mg and Mn in SRM WF gave the range concentrations 5.45-6.03, 180-208, 445-491 and 8.4-9.4 mg/kg, with relative bias -0.4, 2.4, 17.1 and -5.3% and recovery 100, 102, 117 and 95%, respectively, while for SRM RF the concentrations range were 4.15-4.66, 129-133, 533-682 and 18.46-19.50 mg/k, with relative bias 0.2, 11.1, 8.5 and -5.1%, and recovery 100, 111, 108 and 95%, respectively. For the medium lived radio-nuclides such as As, Na and K, for SRM Oyster Tissue the concentration of As were ranged 6.65-8.30, with recovery 87-109%, while the concentration of Na and

K in SRM WF were obtained in range 1216-1223 mg/kg with recovery 91-92% and 5.7-7.3 mg/kg with recovery 93-119%, respectively. For the long lived radio-nuclides Zn in SRM MF and RF the average concentrations were 19.8 and 11.8 mg/kg respectively (the certificate value were 19.4 and 11.6 mg/kg respectively) with recovery 102 and 101%. These results showed that characteristically the software Bandung NAA utility has a valid quality and comparable with other commercial softwares.

Keywords: Bandung NAA Utility, k0 absolute method, NAA, validation, SRM

1. PENDAHULUAN

Analisis aktivasi neutron yang digunakan di BATAN umumnya menggunakan metode relatif/komparatif yang memiliki berbagai keterbatasan seperti permasalahan matriks, fluks neutron, biaya, waktu dan lain sebagainya. Pada metode ini, sampel diiradiasi bersamaan dengan standar selanjutnya dianalisis secara kuantitatif dengan membandingkan konsentrasi sampel dengan standar yang telah diketahui pasti besar konsentrasinya. Prosedur ini membutuhkan preparasi standar, yang memerlukan waktu cukup lama, tenaga dan biaya yang cukup besar. Terlebih lagi, beberapa unsur yang ada di dalam sampel tidak dapat dianalisis kuantitatif apabila standar unsur tersebut tidak tersedia. Untuk mengatasi berbagai kendala dalam metode kuantitatif tersebut, metode k0 mulai dikembangkan oleh *Institute of Nuclear Science, Gent, Belgium* [1,2]. Pada metode ini, kuantifikasi unsur-unsur dalam suatu cuplikan, dihitung berdasarkan formulasi dari Frans de Corte yang tidak bergantung pada ketersediaan unsur standar. Metode ini memerlukan penentuan parameter fluks seperti rasio fluks neutron termal dan epitermal f , dan α dengan melakukan iradiasi fluks monitor [2]. Metode k0 ini mulai dikembangkan diberbagai negara dan sudah mulai luas diaplikasikan baik di India, Korea, Brazil, China dan negara-negara di Eropa [3-8]. BATAN sendiri mulai mengaplikasikan metode k0 dengan menggunakan *software* k0-IAEA dan saat ini sedang dalam tahap pengembangan perangkat lunak k0 versi BATAN. Salah satu pelengkap perangkat lunak k0 BATAN ini adalah sebuah program bantu spektrometri gamma yang dikembangkan oleh tim k0-BATAN.

Telah dikembangkan sebuah program bantu spektrometri gamma dengan menggunakan bahasa pemrograman Delphi 7, yang diberi nama BATAN-Bandung NAA Utility [9]. Program ini membantu pengguna dalam menganalisis secara lengkap suatu data spektrum gamma yang berasal dari sistem

perangkat *multi channel analyzer* MCA. Program yang dikembangkan secara ramah pengguna dengan tampilan grafis yang sangat interaktif ini menyediakan 3 metode dalam pencarian puncak, yakni: Mariscotti, Hypermeth dan *Close-Peak*. Program ini mampu membentuk sampai 2×1024 *region of interest* (ROI) serta memisahkan sampai 20 puncak yang saling berimpitan dalam satu ROI. Pencarian puncak tersebut dapat dilakukan baik secara otomatis maupun manual. Program ini mampu membaca dan memproses berbagai format arsip data, antara lain: Aptec 5.4 dan 6.3, PCA-I, II dan III, Canberra S-100 dan AccuSpec, serta IEC-1455. Keluaran dari program ini adalah: lokasi, bentuk dan luasan puncak spectrum, nilai MDA, serta identifikasi isotop. Program ini menyediakan pula utilitas untuk memperkirakan lokasi puncak *escape* dan *sum* dalam suatu spektrum. Untuk itu maka program dilengkapi dengan pustaka isotop sangat lengkap, yang diperoleh dari arsip ENDF-B/VII.0, yang terdiri dari 16000 baris energi lebih dan mencakup lebih dari 1480 isotop [9].

Pada penelitian ini dilakukan validasi *software* Bandung-NAA Utility dengan mengaplikasikan *software* tersebut pada analisis sampel standar bahan acuan/*standard reference materials* (SRM) produk dari *National Institute of Standard and Technology (NIST)*. Suatu analisis diharapkan selalu memberikan nilai hasil analisis yang dapat dipercaya, sehingga perlu dilakukan validasi. Oleh karena itu analisis spektrum menggunakan *software* Bandung NAA Utility perlu divalidasi. Validasi adalah konfirmasi melalui pengujian dan pengadaan bukti yang objektif bahwa persyaratan tertentu untuk suatu maksud tertentu dipenuhi. Kegiatan difokuskan pada aplikasi *software* untuk validasi melalui analisis SRM makanan dan bahan pangan seperti SRM NIST 1566a Oyster Tissue dan SRM NIST 1567a Wheat flour serta SRM NIST 1568a Rice flour.

2. TEORI

Dalam melakukan validasi harus mencakup spesifikasi persyaratan penetapan karakteristik metode, pengecekan bahwa persyaratan dapat dipenuhi dengan menggunakan metode dan pernyataan validitas. Rentang ukur dan akurasi nilai diperoleh dari metode yang divalidasi perlu ditetapkan seperti ketidakpastian hasil, batas deteksi, linieritas, batas dari riptibilitas dan atau reproduksibilitas [10]. Pada validasi dilakukan karakteristik yang dinilai meliputi beberapa aspek parameter diantaranya sebagai berikut:

- Akurasi (ketepatan, *accuracy*)
- Presisi (*precision*)
- Perolehan kembali (*recovery*)

1. Akurasi

Akurasi dinyatakan sebagai ukuran seberapa dekat nilai hasil analisis rata-rata yang diperoleh dari sejumlah pengukuran berulang terhadap nilai sesungguhnya. Beberapa parameter yang digunakan untuk menunjukkan akurasi suatu hasil pengujian antara lain:

a. Relatif bias

Menyatakan nilai penyimpangan atau bias suatu hasil pengujian terhadap nilai sesungguhnya. Nilai ini dapat menunjukkan akurasi suatu nilai pengujian. Nilai uji dianggap sebagai akurat atau memiliki akurasi yang tinggi apabila relatif bias sama dengan nol.

$$\text{Relatif bias} = \frac{\text{analysis value} - \text{true value}}{\text{true value}} \times 100\%$$

b. Uji μ (μ test)

Untuk melihat apakah suatu hasil pengukuran berbeda dengan nyata dengan nilai acuan, umumnya digunakan uji μ melalui persamaan berikut :

$$\mu \text{ test} = \frac{|\text{Nilai sertifikat} - \text{Nilai analisis}|}{\sqrt{\text{Unc}^2_{\text{sertifikat}} + \text{Unc}^2_{\text{analisis}}}} \times 100\%$$

Kriteria keberterimaan untuk uji μ dirangkum dalam Tabel 1.

Tabel 1. Kriteria keberterimaan uji μ [10]

Kondisi	Status
$\mu < 1,64$	Tidak berbeda nyata dengan nilai target
$1,95 < \mu < 1,64$	Kemungkinan tidak berbeda secara signifikan dengan nilai target

$2,58 < \mu < 1,95$	Tidak jelas apakah hasil berbeda secara signifikan dari nilai target
$3,29 < \mu < 2,58$	Kemungkinan berbeda secara signifikan dari nilai target
$\mu > 3,29$	Secara signifikan berbeda dengan nilai target

2. Presisi

Presisi ditentukan melalui sejumlah populasi data hasil pengukuran berulang. Indikator untuk presisi biasanya digunakan simpangan baku atau standar deviasi, σ , yang menunjukkan variasi populasi data yang diperoleh. Makin rendah nilai σ , maka data yang diperoleh akan saling berdekatan dan ini berarti presisi hasil pengukuran yang dilakukan adalah lebih baik.

3. Perolehan kembali (*recovery*)

Merupakan perolehan kembali hasil pengujian yang mana menunjukkan tingkat kedekatan nilai pengujian dengan nilai benar. *Recovery* 100% menunjukkan nilai pengujian yang sama dengan nilai benar. *Recovery* dapat dihitung menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Recovery} = \frac{\text{analysis value}}{\text{true value}} \times 100\%$$

3. TATA KERJA

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah berbagai standar tritisol E-Merck, acuan standar, sampel SRM makanan dan bahan pangan SRM NIST Oyster Tissue, *Wheat flour* dan *Rice flour*. Peralatan yang digunakan adalah spektrometer gamma multi saluran dengan detektor HPGe, fasilitas iradiasi *Rabbit System* Reaktor G.A. Siwabessy Serpong serta peralatan laboratorium lainnya.

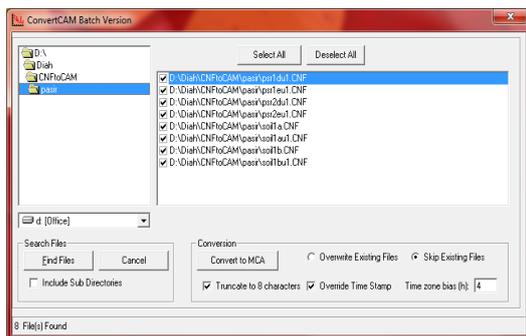
Preparasi Sampel dan standar

Sampel SRM dikeringkan dalam oven selanjutnya ditimbang menggunakan neraca mikro seberat 25 mg, lalu dimasukkan ke dalam vial PE ukuran 0,273 mL dan ditutup dengan *seal* panas. Untuk standar campuran yang akan digunakan dalam metode relatif, dilakukan menggunakan standar campuran ICP yang tertelusur ke NIST dengan konsentrasi campuran bervariasi setiap unsur 0.1-100 μg . Sampel, bahan acuan dan standar masing-masing dikemas dalam vial polietilen, untuk proses

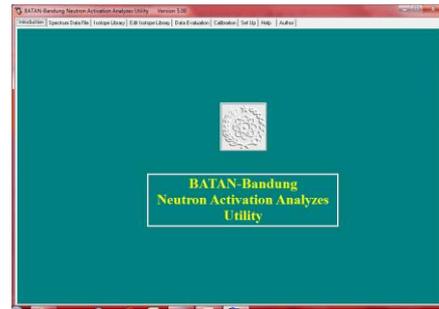
iradiasi sedang dan panjang, sampel dan standar disusun dalam satu *layer*, kemudian dibungkus aluminium foil selanjutnya dimasukkan ke dalam kapsul aluminium untuk iradiasi masing-masing selama 15 menit dan 2 jam. Sedangkan untuk proses iradiasi pendek, 2 buah sampel diiradiasi bersama dengan satu buah standar dalam kapsul PE selama 2 menit.

Iradiasi dan Pencacahan

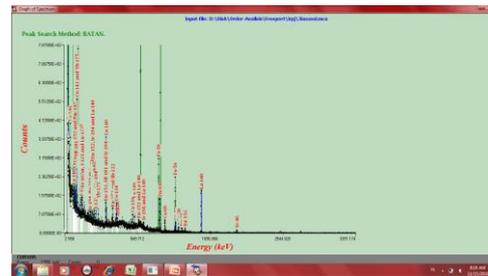
Iradiasi dilakukan di fasilitas iradiasi di RSG-GAS pada fluks neutron termal $\sim 10^{13}$ n.cm².det⁻¹. Setelah diiradiasi pendek cuplikan langsung dicacah setelah cooling 3-5 menit, untuk cuplikan iradiasi sedang sampel dicooling selama 24 jam sedangkan untuk sampel iradiasi panjang, didinginkan selama 1–2 minggu, sebelum dicacah. Pencacahan sampel dan standar dilakukan menggunakan detektor sinar gamma resolusi tinggi, dengan efisiensi relatif detektor HPGe 15%, pada posisi di atas detektor dengan jarak 10 mm. Analisis dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak GENIE 2000, selanjutnya diolah lebih lanjut menggunakan aplikasi BATAN-Bandung NAA Utility. Untuk spektrum hasil pengukuran dari MCA yang akan diolah menggunakan BATAN-Bandung NAA Utility dilakukan terlebih dahulu konversi spektrum menggunakan ConvertCAM Batch Version konversi dari ekstensi .cnf menjadi .cam, agar file tersebut dapat dibaca oleh program bantu ini (Gambar 1). Proses aplikasi penggunaan *software* BATAN-Bandung NAA Utility dalam mengolah spektrum ditunjukkan pada Gambar 2, Gambar.3 dan Gambar.4



Gambar 1. Gambar display proses konversi spectrum menggunakan ConvertCAM Batch



Gambar 2. Tampilan awal program bantu BATAN-Bandung NAA Utility



Gambar 3. Tampilan awal program bantu BATAN-Bandung NAA Utility

UNSUR	Massa Atom	Waktu	Waktu	Waktu	Waktu	Waktu
1	100.000	1.000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
2	100.000	1.000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
3	100.000	1.000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
4	100.000	1.000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
5	100.000	1.000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000

Gambar 4. Hasil keluaran tampilan output analisis spektrum

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis spektrum untuk masing-masing unsur pada sampel bahan acuan standar SRM *Oyster Tissue*, *Wheat flour* dan *Wheat flour* dilakukan menggunakan *software* BATAN-Bandung NAA Utility. Hasil analisis untuk unsur berbagai unsur pada sampel SRM *Oyster Tissue*, *Wheat flour* dan *Wheat flour* dirangkum pada Tabel 1. Parameter validasi berupa μ -test, bias, *recovery* menunjukkan bahwa nilai analisis menggunakan *software* BATAN Bandung NAA utility memiliki nilai yang akurat dan presisi. Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa untuk kesemua unsur memberikan akurasi yang sangat baik. Hal

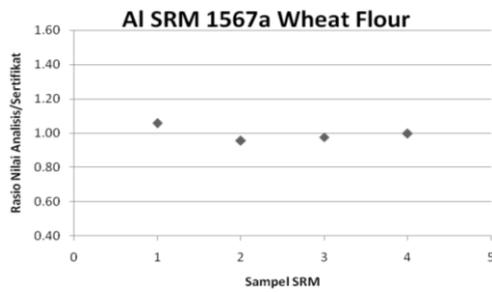
ini ditunjukkan dengan nilai bias berkisar 0,0 – 17,1% dan diperkuat dengan uji μ yang merupakan uji beda nyata secara statistik. Dari uji μ , diperoleh nilai yang kesemuanya memberikan nilai $\mu < 1,64$ yang berarti bahwa hasil analisis untuk kesemua unsur yang diperoleh tidak berbeda nyata dengan nilai sertifikat. Demikian halnya dengan uji % *recovery*, dimana hasil analisis untuk semua unsur memberikan nilai % *recovery* mendekati 100%.

Hasil analisis untuk unsur waktu paro pendek (waktu paro dalam detik ~ puluhan jam) Al, Ca, Mg dan Mn pada sampel SRM *wheat flour* dan *rice flour*, rentang konsentrasi yang diperoleh masing-masing berkisar 5.45-6.03, 180-208, 445-491 dan 8.4-9.4 mg/kg dengan

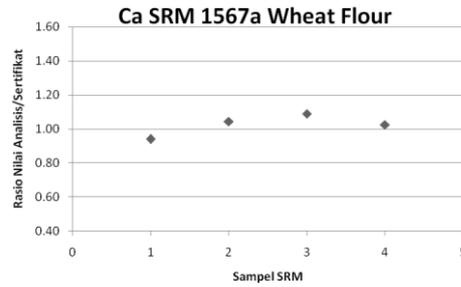
relatif bias masing-masing sebesar -0.4, 2.4, 17.1 dan -5.3 %, sedangkan pada SRM RF masing-masing berkisar 4.15-4.66, 129-133, 533-682 dan 18.46-19.50 mg/kg dengan relatif bias masing-masing 0.2, 11.1, 8.5 dan -5.1%. Rentang relatif bias ini masih dalam batas toleransi ($\pm 20\%$) yang menunjukkan akurasi hasil analisis [11]. Untuk uji μ keempat unsur ini pada kedua SRM juga menunjukkan nilai μ dibawah 1.64 yang memberikan arti bahwa nilai analisis tidak berbeda nyata dengan nilai target atau dalam arti akurasi sangat baik. Grafik rasio perbandingan nilai analisis dengan nilai sertifikat untuk unsur Al, Ca, Mg dan Mn pada SRM *Wheat flour* ditampilkan pada Gambar 5.

Tabel 1. Resume hasil perhitungan kadar unsur pada sampel SRM *Wheat flour*, *Rice flour* dan *Oyster Tissue*

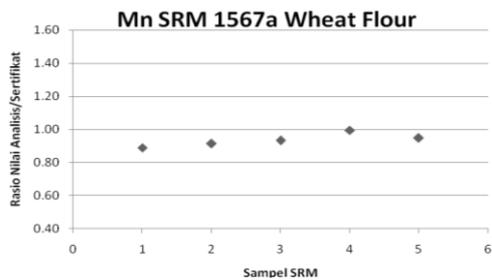
No	Unsur	Jenis SRM	Hasil Analisis (mg/kg)	Sertifikat (mg/kg)	%Bias relatif	Uji μ	% Rec
1	Al	NIST 1567a <i>Wheat flour</i>	5.7 ± 0.1	5.7 ± 1.3	-0.4%	0.02	100%
		NIST 1568a <i>Rice flour</i>	4.41 ± 0.53	4.4 ± 1.0	0.2%	0.01	100%
2	Ca	NIST 1567a <i>Wheat flour</i>	196 ± 19	191 ± 4	2.4%	0.24	102%
		NIST 1568a <i>Rice flour</i>	131 ± 18	118 ± 6	11.1%	0.69	111%
3	Mg	NIST 1567a <i>Wheat flour</i>	468 ± 72	400 ± 20	17.1%	0.92	117%
		NIST 1568a <i>Rice flour</i>	607 ± 95	560 ± 20	8.5%	0.49	108%
4	Mn	NIST 1567a <i>Wheat flour</i>	8.9 ± 0.5	9.4 ± 0.9	-5.3%	0.48	95%
		NIST 1568a <i>Rice flour</i>	19.0 ± 0.8	20.0 ± 1.6	-5.1%	0.58	95%
5	As	NIST 1566b <i>Oyster Tissue</i>	7.68 ± 0.96	7.65 ± 0.65	0.4%	0.03	100%
6	Na	NIST 1567a <i>Wheat flour</i>	6.4 ± 0.1	6.1 ± 0.8	5.5%	0.41	106%
		NIST 1568a <i>Rice flour</i>	6.6 ± 0.4	6.6 ± 0.8	0.0%	0.00	100%
7	K	NIST 1567a <i>Wheat flour</i>	1236 ± 60	1330 ± 30	-9.1%	1.40	91%
		NIST 1568a <i>Rice flour</i>	1226 ± 70	1280 ± 8	-4.2%	0.76	96%
8	Fe	NIST 1567a <i>Wheat flour</i>	13.02 ± 6.68	14.10 ± 0.50	-7.7%	0.16	92%
		NIST 1568a <i>Rice flour</i>	7.4 ± 1.2	7.4 ± 0.9	0.0%	0.00	100%
9	Se	NIST 1567a <i>Wheat flour</i>	1.1 ± 0.1	1.1 ± 0.2	-3.9%	0.19	96%
		NIST 1568a <i>Rice flour</i>	0.35 ± 0.06	0.38 ± 0.04	-6.7%	0.37	93%
10	Zn	NIST 1567a <i>Wheat flour</i>	11.7 ± 0.7	11.6 ± 0.4	0.6%	0.08	101%
		NIST 1568a <i>Rice flour</i>	19.7 ± 0.8	19.4 ± 0.5	1.8%	0.35	102%



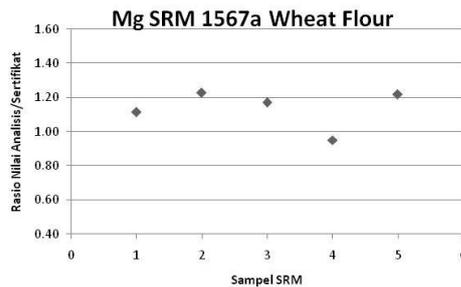
(a) Unsur Al pada SRM 1567a *Wheat flour*



(b) Unsur Ca pada SRM 1567a *Wheat flour*



(c) Unsur Mn pada SRM 1567a *Wheat flour*



(d) Unsur Mg pada SRM 1567a *Wheat flour*

Gambar 5. Rasio analisis/sertifikat untuk Al, Ca, Mg dan Mn dengan *software* Bandung NAA utility

Untuk unsur waktu paro sedang (puluhan jam hingga 1-2 hari) seperti As, Na dan K pada sampel SRM diperoleh *recovery* berkisar 91-106% dengan bias dibawah 10%. Demikian juga untuk analisis unsur waktu paro panjang (lebih dari 2 hari hingga tahunan) seperti Fe, Se dan Zn memberikan nilai parameter uji u, bias dan *recovery* yang berada dalam batas toleransi. Nilai-nilai parameter tersebut menunjukkan bahwa validasi menggunakan *software* BATAN Bandung NAA utility memberikan hasil yang akurat dan valid.

Pada penentuan presisi, analisis dilakukan oleh analis, peralatan, dan laboratorium yang sama dalam skala waktu analisa yang pendek. Untuk setiap konsentrasi, pengulangan dilakukan 10 kali (minimal 7 kali). Adapun parameter yang dihitung dari data adalah % CV atau relatif standar deviasi ($\% CV = \frac{SD}{\text{mean}} \times 100\%$). Pada penentuan reproduibilitas intra laboratory, analisis dilakukan oleh analis dan peralatan berbeda, pada laboratorium yang sama dalam skala waktu analisa yang panjang. Adapun parameter yang dihitung dari data adalah simpangan baku pada setiap konsentrasi. Untuk uji presisi dilakukan perhitungan pada unsur As pada SRM *Oyster Tissue*, dirangkum pada Tabel 2.

Dari tabel 2 pengulangan sebanyak 7 kali menghasilkan nilai presisi sebesar 7%, yang menunjukkan kepresisian hasil analisis

menggunakan *software* BATAN Bandung NAA utility.

Tabel 2. Nilai presisi untuk unsur As pada SRM *Oyster Tissue*

Sampel	Kadar As (mg/kg)	Unc	%CV
Oyster Tissue 1	8.30	1.31	
Oyster Tissue 2	7.79	0.57	
Oyster Tissue 3	8.08	0.58	
Oyster Tissue 4	6.65	1.23	7%
Oyster Tissue 5	7.43	0.83	
Oyster Tissue 6	7.54	1.10	
Oyster Tissue 7	7.98	1.11	
Rata-rata	7.68	0.96	

Untuk unsur iradiasi menengah seperti As, Na dan K, pada analisis SRM *Oyster Tissue* diperoleh hasil konsentrasi As sebesar 6.65-8.30, dengan nilai *recovery* sebesar 87-109%, sedangkan untuk unsur Na dan K pada SRM WF diperoleh hasil masing-masing berkisar 1216-1223 mg/kg, dengan *recovery* sebesar 91-92% dan 5.7-7.3 mg/kg dengan *recovery* 93-119%. Hasil yang diperoleh dalam analisis berbagai unsur pada SRM makanan dan bahan pangan menghasilkan akurasi dan presisi yang baik,

hasil ini mampu menunjukkan bahwa *software* tersebut mempunyai kualitas yang valid dan sebanding dengan *software* komersial sejenis.

5. KESIMPULAN

Telah dilakukan validasi *software* BATAN Bandung NAA utility dengan mengaplikasikan pada analisis sampel SRM makanan dan bahan pangan yaitu SRM NIST 1566b *Oyster Tissue*, SRM NIST 1567a *Wheat Flour* dan SRM NIST 1568a *Rice Flour*. Analisis berbagai unsur waktu paro pendek Al, Ca, Mg dan Mn, unsur waktu paro sedang As, Na dan K, serta unsur waktu paro panjang Fe, Se dan Zn menunjukkan nilai bias yang berada pada rentang berkisar 0,0-17,1% dan diperkuat dengan uji μ yang merupakan uji beda nyata secara statistik. Dari uji μ , diperoleh nilai yang kesemuanya memberikan nilai $\mu < 1,64$ yang berarti bahwa hasil analisis untuk kesemua unsur yang diperoleh tidak berbeda nyata dengan nilai sertifikat. Demikian halnya dengan uji % *recovery*, dimana hasil analisis untuk semua unsur memberikan nilai % *recovery* mendekati 100%. Hasil yang diperoleh dalam analisis berbagai unsur pada SRM makanan dan bahan pangan menghasilkan akurasi dan presisi yang baik, hasil ini mampu menunjukkan bahwa *software* tersebut mempunyai kualitas yang valid dan sebanding dengan *software* komersial sejenis.

6. DAFTAR PUSTAKA

1. **SIMONITS, A., FRANK, DE CORTE., HOSTE, J. J.** Radioanal. Nucl. Chem.,24 (1975) 31.
2. **FRANK DE CORTE.** The ko-Standardization Method, A Move to The Optimization of Neutron Activation Analysis. Nuversitie Gent;1987.
3. **ROSSBACH, M, BLAAUW M, BACCHI, M.A,XILIE LIN,** The k0-IAEA Program, J Radioanal Nucl Chem 274 (3)(2007) 657-662

DISKUSI

Handayani

Unsur apa saja yang bisa dicek dengan NAA untuk sampel serum?

Diah Dwiana Lestiani

Yang dideteksi semua unsur. Selama unsur tersebut eksis dalam sampel makan akan dideteksi. Terutama yang dianalisis adalah Se.

4. **WOITTIEZ, J.R.W.** Theoretical aspects of the introduction of the Ko method for INAA using the ECN low flux reactor, ECN Report (1989)
5. **RAMAKRISHNA,V.S., ACHARYA, R.N., REDDY,A.V.R., GARG,A.N.** Use of gold as monostandard for determination of elemental concentrations in environmental SRMs and Gangga river sediments by the Ko method, Applied Radiation and Isotopes, 55 (2001) 595-602.
6. **MOON, J.H., DUNG H.M., KIM, S.H., CHUNG, Y.S.** Implementation of the k0-NAA method by using k0-IAEA software and the NAA#3 irradiation hole at the HANARO research reactor. J. Radioanal. Nucl. Chem., 280 (3) (2009) 439-444.
7. **DAVI B MARIANO, ANA MARIA G. AND RENATO SEMMLER.** Preliminary Results for the k0-INAA methodology Implementation at The Neutron Activation Analysis Laboratory, LAN-IPEN using k0-IAEA software. Proceeding of International Nuclear Atlantic Conference – INAC Brazil (2009).
8. **WOITTIEZ,J .R.W., RIJPKEMA,J.E., ROVERS, J.B., MEERMAN,L., NIERCKX,F.J.M.** Practical aspects of the introduction of the Ko method for INAA using the ECN low flux reactor.
9. **PUTRANTO ILHAM YAZID,** BATAN-Bandung NAA Utiliy: Sebuah Program Bantu Spektrometri Gamma, Prosiding Seminar AAN 2008.
10. **IAEA.** Analytical Quality Control Services, Summary Report of the Proficiency Test for the IAEA Project RAS/2/020: Quality Assurance an Quality Control of Nuclear Analytical Techniques, Seibersdorf, Austria (2003)
11. **AOAC** Guidelines for Single Laboratory Validation for Chemical Methods for dietary supplements and botanicals, 19 December 2002, available at www.aoac.org