



Research Articles

## Estimasi ketidakpastian pengukuran pada metode analisa proksimat di Laboratorium Kimia Hasil Pertanian Universitas Sriwijaya

Hafsah\*, Elsa Juniar, Lismawati

Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Pertanian Universitas Sriwijaya Sumatera Selatan 30139, Indonesia

Received 30 November 2020; Accepted 6 Mei 2021; Published 31 Mei 2021

<p><b>Keywords:</b> Uncertainty measurement; Proxymate analysis; Food Processing Agricultural Product</p>	<p><b>ABSTRACT:</b> Traceability of measurement results to SI units is required by the laboratory to ensure that the test results can be accounted. The purpose of this study is to estimate the uncertainty of measurement for each step in the traceability chain so that the total uncertainty of all stages of the proximate analysis method can be calculated. The proximate analysis method used in this study is based on SNI 01-2354: 2006. As a sample test material used SRM (Standard Reference Material) in the form of biscuits from the Agro Industry Center which was intended for proficiency testing. From this research, it was found that the moisture content for the sample was <math>2.86 \pm 0.4</math>, the ash content was <math>1.73 \pm 0.04</math>, the fat content was <math>18.65 \pm 0.2</math>, the protein content was <math>7.69 \pm 0.1</math>. From the results of the calculation of the uncertainty of the measurement of proximate analysis in the Agricultural Product Chemistry laboratory, it has been able to provide precise results and in accordance with the SRM standards of the Central Agro Industry. Evaluation of the measurement uncertainty value for proximate analysis is considered satisfactory because the combined uncertainty value is smaller than 2/3 Hortwitz Value. @2021 Published by UP2M, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sriwijaya University</p>
<p><b>Kata Kunci:</b> Ketidakpastian pengukuran; Analisa Proksimat; Kimia Hasil Pertanian</p>	<p><b>ABSTRAK:</b> Ketelurusan hasil pengukuran ke satuan SI diperlukan oleh laboratorium untuk menjamin hasil pengujian dapat dipertanggungjawabkan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengestimasi ketidakpastian pengukuran dari setiap langkah dalam rantai ketertelusuran sehingga ketidakpastian total dari seluruh tahapan metode analisa proksimat dapat diperhitungkan. Metode analisa proksimat yang digunakan pada penelitian ini berdasarkan SNI 01-2354:2006. Sebagai bahan contoh digunakan SRM (<i>Standard Reference Material</i>) berupa contoh biskuit dari Balai Besar Industri Agro yang diperuntukkan untuk uji profisiensi. Dari penelitian ini didapat nilai kadar air untuk contoh adalah <math>2.86 \pm 0.04</math>, kadar abu <math>1.73 \pm 0.04</math>, kadar lemak <math>18.65 \pm 0.2</math>, kadar protein <math>7.69 \pm 0.1</math>. Dari hasil perhitungan ketidakpastian pengukuran analisis proksimat di laboratorium Kimia Hasil Pertanian sudah mampu untuk memberikan hasil yang presisi dan sesuai dengan standar SRM dari Balai Besar Industri Agro. Evaluasi nilai ketidakpastian pengukuran untuk analisis proksimat dinilai memuaskan karena nilai ketidakpastian gabungan lebih kecil dari 2/3 CV Hortwitz. @2021 Published by UP2M, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sriwijaya University</p>

\* Corresponding author.

E-mail address: [aca.hs20@gmail.com](mailto:aca.hs20@gmail.com)

## PENDAHULUAN

Dalam rangka pengendalian mutu internal laboratorium sebagaimana yang dipersyaratkan dalam ISO/IEC 17025 dijelaskan bahwa untuk pengendalian mutu uji dari suatu laboratorium diperlukan serangkaian prosedur yang dilakukan oleh staf laboratorium untuk terus memantau hasil analisis yang dilakukan agar menjamin hasil yang di keluarkan oleh lab dapat diandalkan[1]. Salah satu prosedur yang dilakukan dalam estimasi ketidakpastian pengukuran dalam metode uji proksimat. Tujuan dari estimasi ketidakpastian pengukuran adalah untuk melihat kehandalan hasil pengujian dengan menetapkan ketertelusuran dengan satuan internasional sehingga pengelola laboratorium mendapatkan informasi untuk meningkatkan metode pengujian proksimat di laboratorium[2].

Laboratorium Kimia Hasil Pertanian menggunakan SNI 01-2354:2006 sebagai standar acuan metode uji. Dalam rangka akreditasi laboratorium di Indonesia saat ini ketentuan tentang ketidakpastian pengukuran terdapat dalam SNI ISO/IEC 17025:2017 Di sini laboratorium wajib mengevaluasi dan melaporkan ketidakpastian pengukuran (khususnya hasil ujinya), artinya laboratorium harus memiliki dan mengaplikasikan prosedur untuk itu apabila diminta oleh pelanggan. Bagaimana cara mengestimasi ketidakpastian pengukuran pada metode analisa proksimat dipaparkan dan dijelaskan dalam makalah ini. Sebagai bahan acuan bagi laboratorium lain untuk perhitungan ketidakpastian pengukuran terutama pada metode analisis proksimat. Pengujian analisa proksimat meliputi kadar abu (SNI 01-2354.1:2006)[3], kadar air (SNI 01-2354.2:2006)[4], kadar lemak (SNI 01-2354.3:2006)[5] dan kadar protein (SNI 01-2354.4:2006)[6]. Adapun analisis karbohidrat dapat dilakukan *by different* sebagaimana direkomendasikan oleh FAO (*Food and Agriculture Organization*).[7]

Semua metode yang menggunakan instrumen harus menggunakan bahan acuan untuk menilai bias dari pengukuran yang dilakukan, walaupun metode pengukuran alat yang bersifat empiris seperti analisis proksimat pada bahan pangan. Dikarenakan CRM (*Certified Reference Material*) sulit dalam beberapa tipe sampel, dapat digunakan sampel yang telah diketahui nilainya sebagai bahan acuan empiris yang nilai komposisinya merupakan hasil konsensus

beberapa lab dalam uji profisiensi laboratorium. Kemudian diterapkan prosedur pengukuran yang digunakan di lab untuk menganalisis sampel acuan. Dari data hasil dapat diperoleh akurasi dari metode yang diterapkan. Sebagai bahan acuan pada penelitian ini digunakan bahan yang telah dikarakterisasi dengan baik yang digunakan untuk keperluan uji profisiensi yang dikeluarkan oleh Balai Besar Agro Industri dimana bahan tersebut telah diuji homogenitas dan kestabilannya.[8]

## BAHAN DAN METODE

### Waktu dan Tempat

Waktu pelaksanaan penelitian ini adalah pada bulan Agustus-September 2020 di Laboratorium Kimia Hasil Pertanian Jurusan Teknologi Pertanian Univesitas Sriwijaya Palembang

### Prosedur Penelitian

Metode pengujian proksimat dalam penelitian ini mengacu pada SNI 01-2354:2006 tentang pengujian proksimat pada produk makanan. Sebagai bahan contoh digunakan SRM yang didistribusikan untuk keperluan uji profisiensi dari Balai Besar Industri Agro untuk komoditas Biskuit.

### Analisa Kadar Air

Oven dikondisikan stabil pada suhu 100°C, kemudian masukkan cawan kosong kedalam oven minimal 2 jam. Kemudian masukkan desikator dan ditimbang(A). Sampel ditimbang sebanyak  $\pm 2$  g dalam cawan kosong (W), dimasukkan kedalam oven selama 16-24 jam. Kemudian dimasukkan ke dalam desikator dan ditimbang sampai diperoleh berat konstan (C)

$$\text{Kadar Air} = \frac{B-C}{B-A} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

Keterangan :

A : Berat Cawan kosong

B : Berat contoh awal +cawan (gram)

C : Berat Contoh setelah dikeringkan (gram)

### Analisa Kadar Abu

Kedalam cawan porselen yang sudah diketahui beratnya(A), ditimbang contoh sebanyak  $\pm 2$  gram, kemudian dimasukkan ke dalam oven pada suhu 100°C selama 24 jam. Setelah itu masukkan kedalam tungku pembakaran dengan kenaikan temperatur secara bertahap sampai 550°C sampai contoh menjadi abu. Setelah selesai turunkan suhu sampai 40°C,

kemudian dimasukkan ke dalam desikator selama 30 menit dan ditimbang beratnya (B)

$$\text{Kadar Abu} = \frac{B-A}{\text{Berat Contoh}} \times 100 \dots\dots\dots 2)$$

Keterangan :

A : Berat Cawan Porselen Kosong (g)

B : Berat Akhir (g)

**Analisa Kadar Lemak**

Menimbang labu lemak kosong (A), kemudian timbang contoh ±2 gram dan dimasukkan kedalam selongsong lemak, 150 ml chloroform dimasukkan ke dalam labu lemak, dan contoh dimasukkan kedalam soxhlet, setelah itu pasang rangkaian alat ekstraksi lemak. Lakukan ekstraksi pada suhu 60°C selama 8 jam. Campuran lemak dan pelarut dievaporasi sampai labu lemak kering kemudian labu dimasukkan kedalam oven suhu 100°C selama 2 jam untuk menghilangkan sisa pelarut. Dinginkan dan masukkan ke desikator selama 30 menit. Terakhir menimbang labu lemak(B)

$$\text{Kadar Lemak} = \frac{B-A}{\text{Berat Contoh}} \times 100 \dots\dots\dots 3)$$

Keterangan :

A : Berat Labu Lemak kosong (g)

B : Berat Labu + berat lemak hasil Ekstraksi (g)

**Analisa Kadar Protein**

Menimbang contoh sebanyak ±2 gram diatas kertas timbang, kemudian dimasukkan ke dalam labu kjeldahl. Tablet katalis ditambahkan serta batu didih. Kemudian ditambahkan 15 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat dan 3 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> secara perlahan dan didiamkan di lemari asam selama 10 menit. Setelah itu dilakukan proses destruksi pada suhu 410°C selama 2 jam atau sampai larutan menjadi jernih. Selanjutnya menyiapkan erlenmyer yang diisi dengan 25 ml H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 4 % yang mengandung indikator bromchresol green sebagai penampung destilat. Labu yang berisi larutan hasil

destruksi ditambahkan 50-75 ml Natrium Hidroksida-Thiosulfat, kemudian didestilasi sampai volume penampung 150 ml (Hasil destilat akan berubah warna menjadi kuning). Hasil destilat dititrasi dengan HCl 0,2N yang sudah dibakukan sampai berubah warna. Hasil titrasi dicatat (Va), Lakukan juga blanko seperti contoh. (Vb)

$$\text{Kadar protein (\%)} = \frac{(V_a - V_b) \text{HCl} \times N \text{HCl} \times 14,007 \times 6,25}{W \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots 4)$$

Keterangan :

V<sub>a</sub> : ml HCl untuk titrasi contoh

V<sub>b</sub> : ml HCl untuk titrasi blanko

N : Normalitas HCl standar yang digunakan

14.007: BE Nitrogen

6.25 : Faktor Konversi protein

**Analisa Data**

Komponen yang menjadi sumber Ketidakpastian Pengukuran dapat dikuantifikasi dengan metode *Bottom up* yang merupakan penjumlahan dari ketidakpastian pengukuran dari masing-masing komponen ketidakpastian dengan mengikuti 4 langkah berikut ini [9]:

1. Menentukan spesifikasi yang diukur dengan formula/persamaan
2. Mengidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian dalam bentuk *cause-effect diagram*
3. Menghitung masing-masing sumber ketidakpastian menjadi ketidakpastian baku. Dibagi menjadi dua tipe yaitu ketidakpastian tipe A yang merupakan evaluasi ketidakpastian berdasarkan pekerjaan eksperimental dan dihitung dari rangkaian pengamatan, dan ketidakpastian tipe B yang didapatkan dari informasi yang dapat dipercaya seperti sertifikat kalibrasi alat dan yang lainnya
4. Menghitung ketidakpastian gabungan

$$\mu_c(y) = y \times \left\{ \left( \frac{\mu(a)}{a} \right)^2 + \left( \frac{\mu(b)}{b} \right)^2 + \left( \frac{\mu(c)}{c} \right)^2 + \dots \right\}^{1/2} \dots\dots\dots 5)$$

Keterangan :

μ<sub>c</sub> = Ketidakpastian pengukuran Gabungan

μ<sub>a/b/c</sub> = Ketidakpastian pengukuran Komponen a, b dan c

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Hasil

#### Kadar Air dan Abu dalam Biskuit

Tabel 1. Hasil pengujian kadar air dalam contoh biskuit

Nilai	Kadar Air		Kadar Abu	
	Contoh*	Nilai SRM	Contoh*	SRM
Rata-rata	2,86	3.20 ±0.34	1,73	1,72±0.08
SD	0,02		0,0079	
%RSD	0,58		0,46	
0.67xCVHortwitz	1,14		1.23	

\*n = 7 replikat

Pada Tabel 1, dapat dilihat bahwa nilai kadar air dalam contoh sebesar 2,86% dengan %RSD sebesar 0,58%, nilai tersebut berada di bawah nilai 0,67 x CV Horwitz yang menunjukkan bahwa data hasil kadar air mempunyai nilai presisi yang baik. Untuk keakuratan hasil pengujian, terlihat bahwa nilai SRM yang tertera adalah sebesar 3.2%, berada pada rentang nilai di dalam sertifikat yaitu ±0,49 sehingga nilai kadar air

dalam contoh mempunyai nilai yang akurat. Sedangkan untuk Hasil kadar abu Dari tabel 1 diperoleh bahwa nilai kadar abu contoh sebesar 1.73% dengan %RSD sebesar 0.46% serta masuk dalam rentang angka SRM sebesar 1.72±0.08 juga menunjukkan bahwa data hasil kadar abu contoh juga mempunyai nilai presisi dan akurasi yang baik.

#### Kadar lemak dan protein dalam biskuit

Tabel 2. Hasil pengujian kadar lemak dan protein dalam contoh biskuit

Nilai	Lemak		Protein	
	Contoh*	SRM	Contoh*	SRM
Rata-rata	18,65	18,61±0.57	7,69	7,62±0.72
SD	0,100		0,019	
%RSD	0,53		0,251	
0.67xCVHortwitz	0.86		0.98	

\*n = 7 replikat

Pada tabel 2 diperoleh hasil pengujian Kadar lemak sebesar 18.65% dengan nilai %RSD sebesar 0,53%, nilai tersebut dibawah nilai 0,67 x CV Horwitz yang menunjukkan bahwa data kadar lemak mempunyai nilai presisi yang baik. Untuk keakuratan dari hasil pengujian kadar lemak dapat dilihat dari kadar lemak contoh berada pada rentang nilai dari SRM sebesar 18.61±0.57 yang menunjukkan bahwa nilai kadar lemak mempunyai akurasi yang baik. Sedangkan untuk Hasil kadar protein Dari tabel 2 diperoleh bahwa nilai kadar protein contoh sebesar

1.73% dengan %RSD sebesar 0.46% serta masuk dalam rentang angka SRM sebesar 7.62±0.72 juga menunjukkan bahwa data hasil kadar protein contoh juga mempunyai nilai presisi dan akurasi yang baik.

#### Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Pada Tabel 3 merupakan rincian dari komponen-komponen yang berpengaruh terhadap ketidakpastian analisa proksimat beserta nilai ketidakpastiannya yang dihitung berdasarkan metode *bottom up*.

Tabel 3. Hasil estimasi ketidakpastian pengukuran sampel contoh

Komponen Ketidakpastian	Nilai X	Ketidapastian Baku ( $\mu$ )	Ketidapastian Baku Relatif ( $\mu/x$ ) <sup>2</sup>
<b>1. Kadar Air</b>			
Penimbangan	2.0037	0,00014	1,65964E-05
Efek ruang	2,86	1,1	1,58371E-05
Presisi Metode	0.58		0,0000335
Kadar Air	2,86		
Uc	0,02		
Uc diperluas	0,04		
<b>2. Kadar Abu</b>			
Penimbangan	2.0057	0,00014	1,65964E-05
Efek ruang	1.73	1.95	4,97162E-09
Presisi Metode	0.46		0,000126936
Kadar Abu	1.73		
Uc	0,02		
Uc diperluas	0,04		
<b>3. Kadar Lemak</b>			
Penimbangan	2.0057	0.00014	4,97162E-09
Efek ruang	18.65	1.1	3,47733E-07
Presisi Metode	0.53		0,00003
Kadar Lemak	18.65		
Uc	0.1		
Uc diperluas	0.2		
<b>4. Kadar Protein</b>			
Penimbangan	2,0057	0,00014	4,97176E-09
Normalitas hcl	0,2386	0,00173	5,28213E-05
Volume titrasi	8,8	0,0079	7,96269E-07
Berat atom n	14,006	0,0001	2,56983E-11
Presisi metode	7,69	0,0194	0,00001
Kadar Protein	7.69		
Uc	0.06		
Uc Diperluas	0.1		

## Pembahasan

Dari Tabel 1 dan tabel 2 dapat dievaluasi bahwa analisis proksimat yang dilakukan di laboratorium Kimia Hasil Pertanian sudah mampu untuk memberikan hasil yang presisi karena nilai % RSD yang didapat untuk keempat parameter analisa proksimat memenuhi nilai kurang dari  $2/3$  CV hortwitz[10]. Sedangkan akurasi yang didapat untuk seluruh analisa juga sudah berada pada nilai rentang yang mengacu kepada nilai standar SRM. Hal ini sejalan dengan perhitungan estimasi ketidakpastian pengukuran yang dapat dilihat pada tabel 3, dimana ketidakpastian yang dihitung berdasarkan parameter yang berpengaruh yang dilakukan dilaboratorium dengan tujuan untuk memastikan bahwa data analisa proksimat yang

dilakukan adalah akurat dan memberikan hasil yang valid. Ketidakpastian pengukuran digunakan sebagai ukuran akurasi kuantitatif, dimana semakin besar nilai ketidakpastiannya maka semakin besar juga ketidakakuratan dari hasil pengujian.

Nilai ketidakpastian pada analisa kadar air dan kadar abu yaitu sebesar 0.04%, nilainya lebih kecil bila dibandingkan dengan nilai ketidakpastian pada analisa kadar lemak dan protein dengan nilai berturut-turut sebesar 0.2 dan 0.1 %. Hal ini menunjukkan besarnya tingkat kesalahan yang terjadi dalam penentuan kadar lemak dan protein. Evaluasi manajemen laboratorium terkait dengan kalibrasi alat yang digunakan pada analisa kadar lemak dan protein serta metode yang digunakan dan juga Personil, keterampilan dan

ketelitian seorang analis sangat diperlukan untuk memperkecil nilai ketidakpastian pengukuran dan memperkecil kesalahan yang terjadi saat analisis[11].

Sedangkan untuk evaluasi nilai ketidakpastian pengukuran gabungan dari analisis kadar air, abu, lemak dan protein yang dapat dilihat pada tabel 3, dengan nilai berturut-turut 0,04%, 0,04%, 0,2% dan 0,1% menunjukkan nilai dibawah 2/3 CV hortwitz dimana nilai ketidakpastian merupakan nilai bias (standard deviasi) yang lebih kompleks dengan mempertimbangkan seluruh aspek sumber ketidakpastian pengukuran. Evaluasi nilai ketidakpastian pengukuran proksimat dinyatakan memuaskan karena nilai ketidakpastian gabungan lebih kecil dari 2/3 CV Hortwitz[12].

## KESIMPULAN

Dari penelitian ini didapat nilai kadar air untuk contoh adalah  $2,86 \pm 0,04$ , kadar abu  $1,73 \pm 0,04$ , kadar lemak  $18,65 \pm 0,2$ , dan kadar protein  $7,69 \pm 0,1$ . Dari hasil perhitungan ketidakpastian pengukuran analisis proksimat di laboratorium Kimia Hasil Pertanian sudah mampu untuk memberikan hasil yang presisi dan akurat sesuai dengan standar SRM dari Balai Besar Industri Agro. Sedangkan untuk evaluasi nilai ketidakpastian pengukuran untuk analisis proksimat di laboratorium Kimia Hasil Pertanian dinilai memuaskan karena nilai ketidakpastian gabungan lebih kecil dari 2/3 CV Hortwitz dengan mempertimbangkan seluruh aspek sumber ketidakpastian pengukuran.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terimakasih kepada LPPM Universitas Sriwijaya yang telah mendanai penelitian ini yang berasal dari dana DIPA 2020 dengan skema penelitian Tenaga Kependidikan.

## REFERENSI

- [1] SNI ISO/IEC 17025:2017, "Persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi," BSN, 2017.
- [2] Mardiana dan Tim lab Mania, *Penetapan Estimasi Ketidakpastian Pengujian Kimia*, Cetakan pe. Jakarta: PT. Labmania Indonesia Jaya, 2019.
- [3] Badan Standarisasi Nasional, "Cara Uji Kimia - Bagian 1: Penentuan Kadar Abu pada Produk Perikanan," pp. 1–4, 2006.
- [4] Badan Standardisasi Nasional, "Cara Uji Kimia- Bagian 2: Penentuan Kadar Air pada Produk Perikanan," pp. 1–4, 2006.
- [5] Badan Standarisasi Nasional Indonesia, "Cara uji kimia -Bagian 3 : Penentuan kadar lemak pada produk perikanan," pp. 1–4, 2006.
- [6] Badan Standarisasi Nasional Indonesia, "Cara uji kimia - Bagian 4: Penentuan kadar protein pada produk perikanan," pp. 1–6, 2006.
- [7] WHO/FAO, "Food energy – methods of analysis and conversion factors. Report of a technical workshop," *FAO Food Nutr. Pap.*, 2003.
- [8] Manikharda, "Perbandingan Metode dan Verifikasi Analisis Total Karbohidrat dengan Metode Luff-Schoorl dan Anthrone Sulfat," *Bogor: Institut Pertanian Bogor*. Institut Pertanian Bogor, Bogor, 2011.
- [9] S. L. R. Ellison, M. Rosslein, A. Williams, L. A. Konopel'ko, and A. V. Garmash, *EURACHEM/CITAC Guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*. 2003.
- [10] W. C. Nugraha, Y. S. Ridwan, and E. Boes, "ANALISIS PROKSIMAT PADA PRODUK DAGING OLAHAN DAN NILAI KETIDAKPASTIANNYA," *Pros. Semin. Nas. Penelit. dan PKM Sains dan Teknol.*, 2015.
- [11] Riyanto, "Validasi & Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi," pp. 1–154, 2014.
- [12] E. Nuraini, T. Sussana, and Sunardi, "Ketidakpastian Pengukuran Pada Metode AANC untuk Analisis Cuplikan Sedimen," *Pros. PPI-PDIPTN*, pp. 256–262, 2007.