

TEKNIK KETIDAKPASTIAN PENGUKURAN DALAM ANALISIS KADAR AIR SEBAGAI PERSYARATAN LABORATORIUM YANG TERAKREDITASI

Helena Manik^{*)}

^{*)} Teknisi Penyelia pada Balai Besar Riset Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan, Jakarta

ABSTRAK

Salah satu persyaratan laboratorium yang terakreditasi adalah adanya pengukuran ketidakpastian dari suatu analisis kimia. Dalam hal mengikuti uji profisiensi test dengan Laboratorium Kimia BBRP2B telah dilakukan pengukuran ketidakpastian dari kadar air suatu bahan. Pengukuran ketidakpastian ini dilakukan dengan sistem *fish bone*. Untuk kadar air *fish bone*-nya meliputi: penimbangan, suhu, kalibrasi alat, dan presisi. Dari uji profisiensi ini maka diperoleh hasil kadar air dengan ketidakpastiannya; $10,99\% \pm 0,58\%$. Dikarenakan peralatan belum dilakukan kalibrasi maka pengukuran ketidakpastian untuk uji profisiensi test ini belum dilakukan dengan benar.

KATA KUNCI: ketidakpastian, uji profisiensi, akreditasi laboratorium, *fish bone*

PENDAHULUAN

Pengukuran dalam analisis kimia di laboratorium tidak tertutup kemungkinan ditemukan adanya kesalahan-kesalahan. Kesalahan tidak sama dengan ketidakpastian. Ketidakpastian adalah suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang di dalamnya diperkirakan nilai benar yang diukur berada, mengukur rentang tersebut dinamakan sebagai pengukuran ketidakpastian (Julia, 2002). Sedangkan kesalahan analisis kimia adalah selisih nilai pengamatan dan nilai sebenarnya (*true value*) pada setiap contoh yang dihubungkan dengan suatu persamaan: $E=(O-T)$, di mana; E adalah kesalahan mutlak, O adalah nilai pengamatan, dan T adalah nilai sebenarnya (Khopkar, 1990).

Dalam rangka akreditasi laboratorium di Indonesia saat ini ketentuan tentang ketidakpastian pengukuran terdapat dalam pedoman Badan Standarisasi Nasional (BSN) 101, namun penerapannya pada umumnya belum konsisten. Kemudian dalam ISO/EIC Guide 17025 yang diadopsi menjadi Standar Nasional Indonesia (SNI) 19-17025-2000 perkiraan ketidakpastian ini tercantum sebagai salah satu persyaratan dalam laporan hasil

analisis (Sumardi, 2002). Di sini laboratorium harus mengestimasi dan melaporkan ketidakpastian pengukuran khususnya hasil ujinya, artinya laboratorium harus memiliki dan mengaplikasikan prosedur untuk itu apabila diminta oleh pelanggan. Di mana alat harus dikalibrasi seperti timbangan analitik dan penimbangan sampel harus dilakukan sebanyak sepuluh kali, untuk mendapatkan presisi yang baik.

Untuk meniadakan hambatan di bidang pengujian tersebut serta untuk memperbaiki kualitas hasil pengujian, kalangan laboratorium telah menerapkan prinsip *Good Laboratory Practice* (praktek berlaboratorium yang baik) dan sekarang dikenal sebagai akreditasi laboratorium. Dengan demikian, untuk suatu komoditas perdagangan, hasil pengujian negara pengeksport akan bisa diterima oleh negara pengimpor dan sebaliknya sehingga tidak ada duplikasi pengujian yang tidak perlu.

Adapun maksud dan tujuan penulisan ini adalah membantu memberikan informasi untuk kesiapan laboratorium penguji baik Laboratorium Litbang, Laboratorium Industri, dan Laboratorium Jasa Analisis dalam rangka akreditasi laboratorium. Khususnya kesiapan

laboratorium kimia di Balai Besar Riset Pengolahan Produk dan Bioteknologi dalam rangka akreditasi laboratorium di bidang pengujian kadar air, kadar abu, kadar lemak, dan protein.

BAHAN DAN METODE

Bahan yang digunakan adalah bahan berupa tepung gandum dalam kemasan aluminium foil yang diberikan dari perusahaan atau lembaga yang bekerja sama dengan Balai Besar Riset Pengolahan Produk Bioteknologi. Laboratorium kimia BBRPPB dalam 1 tahun ikut uji profisiensi 1—2 kali untuk jenis analisis: kadar air, abu, lemak, dan protein. Untuk tahun 2007 hasil pengujian dilakukan dengan menyertakan hasil ketidapastiannya. Sampel yang diberi berupa tepung dalam kemasan aluminium foil.

Peralatan yang digunakan adalah, cawan porselin vol. 30 mL, alat penjepit/tang, desikator, sendok contoh *stainlessstell*, timbangan analitik kepekaan 0.0001 g; *oven* suhu 105°C; termometer.

Metode Analisis Kadar Air (SNI 01-2354.2-2006)

- Dikondisikan oven pada suhu 105°C yang akan digunakan hingga mencapai kondisi stabil
- Cawan kosong dimasukkan kedalam *oven* minimal 2 jam
- Cawan kosong dipindahkan ke dalam desikator sekitar 30 menit sampai mencapai suhu ruang dan timbang bobot kosong (A)
- Contoh yang telah dihaluskan ditimbang sebanyak ± 2 g kedalam cawan (B)
- Cawan yang telah diisi dengan contoh dimasukkan ke dalam *oven* suhu 105°C selama 16—24 jam
- Cawan dipindahkan dengan menggunakan alat penjepit kedalam desikator selama ± 30 menit kemudian ditimbang (C)
- Pengujian dilakukan minimal duplo (dua kali)

$$\% \text{Kadar Air} = \frac{B - C}{B - A} \times 100\%$$

HASIL DAN BAHASAN

Dari data Tabel 1 diperoleh hasil rata-rata kadar air 10,99% dan hasil ini jika dibandingkan

dengan laboratorium lain yang mengikuti uji profisiensi sudah sesuai, dan tidak *outlayer*. Tetapi untuk ketidakpastian kisarannya belum tepat karena faktor-faktor ketidakpastian seperti tersebut belum dapat dilakukan.

Tabel 1. Hasil analisis kadar air dari tepung gandum yang diamati

No.	Kadar Air	
	Bobot sampel	Air (%)
1	1,0002	11,3
2	1,0001	11,24
3	1,0001	11,19
4	0,9994	11,08
5	0,9994	11,03
6	0,9992	10,88
7	0,9983	10,85
8	0,9983	10,8
9	0,9982	10,76
10	0,998	10,73
Mean (m)	0,99912	10,986
Standar deviasi	0,000862554	0,209878

FAKTOR KETIDAKPASTIAN (FISH BONE) PENGUKURAN KADAR AIR

1. Penimbangan (Neraca Analitik)
 - Pada sertifikasi kalibrasi tertulis: ± 0,000 mg (belum dilakukan kalibrasi)
 - Ketidakpastian baku kalibrasi = 0 mg
 - Presisi: Pengukuran berulang kali sebanyak 10 kali dari standar massa yang bobotnya 1 g memberikan nilai rata-rata pengukuran (m) 0,9991 g dengan sd = 0,000862 g
 - Ketidakpastian presisi = 0,000862 g = 0,862 mg
 - Ketidakpastian gabungan (µg) dari tahap penimbangan=

$$\mu \text{ penimbangan} = \sqrt{(\mu \text{ kalibrasi})^2 + (\mu \text{ presisi})^2}$$

$$= \sqrt{(0)^2 + (0,862)^2}$$

$$= 0,862 \text{ mg}$$

$$= 0,000862 \text{ g}$$
2. Ketidakpastian *Oven*
 - Kalibrasi ketidakpastian suhu oven :

(belum dilakukan kalibrasi) dari suhu terpasang.

- Ketidakpastian baku dari suhu oven = 0°C
- Ketidakpastian dari efek ruang (efek suhu)
 - contoh: sampel tepung gandum

Tabel 2. Data penimbangan kadar air pada suhu 95°C dan 105°C (%)

No.	Suhu	
	95°C	105°C
1	8,70	11,30
2	7,95	11,24
3	9,25	11,19
4	9,46	11,08
5	8,48	11,03
6	8,11	10,88
7	9,60	10,85
8	9,57	10,80
9	9,82	10,76
10	9,48	10,73
SD	0,6749	0,2099
Mean	82,814	10,986

Diperoleh data:

- pada suhu 95°C = 8,2813%
- pada suhu 105°C = 10,986%

$$\begin{aligned} \text{Efek temperatur} &= \frac{10,986\% - 8,2813\%}{(105 - 95)^\circ\text{C}} \\ &= 0,2705\% \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \end{aligned}$$

Ketidakpastian baku dari suhu: $0,2705 \times 0 = 0\%$

(Ketidakpastian kadar air karena efek dari suhu dikalikan ketidakpastian kalibrasi suhu dalam ruang oven).

- Presisi

Suhu oven 105°C dengan sampel:

1. *Low* Produk = Pakan ikan
2. *Medium* Produk = Ikan asin
3. *High* Produk = Ikan segar

$$\begin{aligned} S_x &= \sum S_i / n \\ &= (0,1348 + 0,4961 + 0,2321) / 3 \\ &= 0,2877 \end{aligned}$$

dimana:

S_x = jumlah rata-rata deviasi dari kadar air rendah, sedang dan tinggi.

Tabel 3. Data presisi oven dengan kadar air rendah, sedang, dan tinggi

No.	Kadar air		
	Rendah	Sedang	Tinggi
1	8,31	37,87	77,29
2	8,20	38,46	77,10
3	8,16	37,23	77,64
4	8,31	37,37	77,66
5	7,98	37,6	77,20
6	8,28	38,47	77,17
7	8,26	38,57	77,23
8	7,99	37,34	77,28
9	8,38	37,92	77,01
10	8,27	37,84	76,98
SD	0,1348	0,4961	0,2321
Mean	8,214	37,867	77,256

S_i = standar deviasi dari masing-masing kadar air.

- Ketidakpastian gabungan efek ruang dan Presisi

μ efek ruang & presisi = x

$$x = \sqrt{(\mu \text{ efek ruang})^2 + (\mu \text{ presisi})^2}$$

$$x = \sqrt{(0)^2 + (0,2877)^2}$$

$$x = 0,2877$$

Ringkasan dari nilai-nilai ketidakpastian pada penentuan kadar air (Tabel 3).

- Ketidakpastian gabungan dari pengujian Kadar Air :

$$\mu \text{ kadar Air} = \sqrt{(\mu \text{ penimbangan})^2 + (\mu \text{ efek ruang \& presisi})^2}$$

$$= \sqrt{(0,000862)^2 + (0,026188)^2}$$

$$= 0,026202$$

$$\mu \text{ kadar Air} = 10,986 \times 0,026202$$

$$= 0,2879\%$$

- Ketidakpastian diperluas dari pengujian kadar air

$$\mu \text{ kadar Air} = k \times m \text{ kadar air}$$

$$= 2 \times 0,2879\%$$

$$= 0,5757\%$$

KESIMPULAN

- Dikarenakan peralatan belum dikalibrasi maka data ketidakpastian untuk uji kadar air ini belum dapat dilakukan perhitungan

Tabel 3. Ringkasan dari nilai-nilai ketidakpastian pada penentuan kadar air

Asal	Nilai x	Satuan	m (x)	Satuan	m (x)/x
Proses penimbangan	1	gram	0,00086	gram	0,00086
Efek ruang dan presisi	10.986	gram	0,2877	%	0,02619

yang akurat.

- Dengan adanya perhitungan ketidakpastian dapat dihindari terjadinya kesalahan yang besar (*Gross Error*) dalam suatu analisis

SARAN

- Ketidakpastian pengukuran dapat dilakukan dengan benar, apabila memenuhi syarat-syarat: metode uji dilaksanakan secara mantap dan terkendali; yaitu didukung jaminan mutu hasil uji. Untuk mencapai kondisi tersebut diperlukan:
 - Personil yang kompeten (Diklat & pengalaman yang cukup)
 - Peralatan yang terpelihara, terverifikasi, dan terkalibrasi
 - *Reagent* yang terkontrol
 - Pembuatan *control chart*

UCAPAN TERIMA KASIH

- Seluruh karyawan Balai Besar Riset Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan.
- BPMPHP Perikanan khususnya: Bu Sri, Bu Ema, Bu Elis, dan Mas Adi yang telah banyak memberikan bimbingan dan arahan sewaktu magang.

DAFTAR PUSTAKA

- Khopkar, S.M. 1990. Konsep Dasar Kimia Analitik. Universitas Indonesia. Jakarta. 10 pp.
- Sumardi. 2002. Ketidakpastian Pengukuran / Pengujian *dalam* Kursus Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Dalam Analisis Kimia Menunjang ISO/EIC Guide 17025. P2K-LIPI. Bandung. 12 pp.
- SNI 01-2354.2-2006. Cara Uji Kimia-bagian 2: Penentuan kadar Air pada produk perikanan. BSN. Jakarta. 4 pp.
- Yulia. 2002. Studi Kasus dari Estimasi Pengukuran Ketidakpastian *dalam* Kursus Estimasi Ketidakpastian Pengukuran dalam Analisis Kimia Menunjang ISO/EIC Guide 17025. P2K-LIPI. Bandung. 23 pp.