

LAPORAN TUGAS AKHIR

**PENGENDALIAN MUTU PENGUJIAN Fe DALAM TEPUNG
TERIGU SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM
DI PT SUCOFINDO SBU LABORATORIUM**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli Madya
(A.Md.Si) Analisis Kimia Program D III Analisis Kimia**



Disusun oleh :

**Desi Nur'aeni
NIM: 17231071**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

LAPORAN TUGAS AKHIR

**PENGENDALIAN MUTU PENGUJIAN Fe DALAM TEPUNG
TERIGU SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM
DI PT SUCOFINDO SBU LABORATORIUM**

**QUALITY CONTROL OF Fe TESTING IN WHEAT FLOUR BY
ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY
IN PT SUCOFINDO SBU LABORATORIUM**



Disusun oleh :

**Desi Nur'aeni
NIM: 17231071**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**



Handwritten signature

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**PENGENDALIAN MUTU PENGUJIAN Fe DALAM TEPUNG
TERIGU SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM
DI PT SUCOFINDO SBU LABORATORIUM**

Disiapkan dan disusun oleh:


Desi Nur'aeni

NIM: 17231071

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 29 Juli 2020


Susunan Tim Penguji

Pembimbing/Penguji



Thorikul Huda, S.Si., M.Sc
NIK. 052316003

Penguji I



Puji Kurniawati S.Pd.Si., M.Sc
NIK. 132311103

Penguji II



Muhalmin, S.Si., M.Sc
NIK. 156141305

Mengetahui,
Dekan Fakultas MIPA UII



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

NIK. 006120101

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Warahmatulahi Wabarokatuh

Puji syukur kekhadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, shalawat dan salam senantiasa tercurah kepada Nabi Muhammad SAW dan para sahabat yang senantiasa istiqomah menjalankan agama-Nya. Berkat pertolongan dan rahmat Allah SWT penyusun dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir dengan baik dan tepat pada waktu yang telah ditentukan dengan judul “*Pengendalian Mutu Pengujian Fe dalam Tepung Terigu Secara Spektrofotometri Serapan Atom*”.

Laporan Tugas Akhir ini merupakan salah satu syarat agar dapat memperoleh derajat Ahli Madya (A.Md.) DIII Analis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta. Selama proses penyusunan laporan ini penyusun telah mendapatkan bantuan dan bimbingan serta pengarahan dari berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan ini penyusun mengucapkan terimakasih kepada :

1. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias S.Si., M.Si., selaku Ketua Program D III Analis Kimia Universitas Islam
3. Bapak Thorikul Huda, S.Si., M.Sc., selaku dosen pembimbing Praktik Kerja Lapangan Universitas Islam Indonesia yang telah memberikan izin, arahan, dan bimbingan atas pelaksanaan Praktik Kerja Lapangan.
4. Bapak Muhidin, selaku kepala Laboratorium *General* PT. Sucofindo SBU Laboratorium Cibitung
5. Bapak Irwan Rachimi, selaku *Chemist* Laboratorium Hasil Pertanian dan sebagai pembimbing instansi Praktik Kerja Lapangan di PT. Sucofindo SBU Laboratorium Cibitung

6. Bapak Satria selaku HRD yang telah mengizinkan penulis untuk dapat melaksanakan Praktek Kerja Lapangan di PT. Sucofindo SBU Laboratorium Cibitung
7. Dosen-dosen dan Staff Program D III Analis Kimia FMIPA UII atas semua bantuan dan ilmu yang telah diberikan.
8. Seluruh analis dan karyawan laboratorium *general* PT. Sucofindo yang telah membantu penulis dengan memberikan wawasan, arahan, dan nasihat selama melaksanakan PKL.
9. Kedua orang tua, teman-teman dan semua pihak yang telah memberikan dukungan baik moral maupun spiritual serta telah membantu dalam proses pelaksanaan PKL dan penyusunan Laporan PKL yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Dalam penyusunan laporan ini, penulis menyadari masih banyak kekurangan, penyusun mengharapkan arahan, bimbingan, kritik dan saran yang membangun demi terciptanya laporan yang lebih baik untuk kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penyusun sendiri maupun semua pihak yang terkait.

Wassalamu'alaikum, wr.wb.

Pangandaran, 20 Juni 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
PERNYATAAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
INTISARI	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan	2
1.4 Manfaat	3
BAB II DASAR TEORI	4
2.1 Profil PT Sucofindo SBU Laboratorium	4
2.2 Tepung Terigu	4
2.3 Zat Besi (Fe)	8
2.4 Metode Spektrofotometri Serapan Atom	9
2.5 Penentuan besi total menggunakan SSA	11
2.6 Pengendalian Mutu Pengujian Kimia	13
2.6.1 Linearitas	13
2.6.2 Homogenitas	13
2.6.3 Presisi	15
2.6.4 LoD (Limit of Detection) dan LoQ (Limit of Quantification)	17
2.6.5 Bagan Kendali (Control Chart)	17

2.6.6	Ketidakpastian.....	19
BAB III	METODOLOGI.....	22
3.1	Alat.....	22
3.2	Bahan	22
3.3	Prosedur Kerja	22
3.3.1	Penentuan Kadar Besi Total.....	22
3.3.2	Pengendalian Mutu	23
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1	Preparasi Sampel	26
4.2	Penentuan Kadar Fe dalam Sampel	26
4.3	Pengendalian Mutu Pengujian.....	29
4.3.1	Uji Linearitas.....	29
4.3.2	Uji Homogenitas.....	30
4.3.3	Uji Presisi	31
4.3.4	LoD dan LoQ.....	32
4.3.5	Pembuatan Control Chart.....	34
4.3.6	Ketidakpastian Pengujian.....	35
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN.....	39
5.1	Kesimpulan.....	39
5.2	Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	40

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Morfologi Biji Gandum (Leubner, 2000).....	5
Gambar 2.2 Skema Alat Spektrofotometer Serapan Atom (Haswell,1991)	10
Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Deret Standar	27
Gambar 4.2 <i>Control Chart</i>	34
Gambar 4.3 Diagram Tulang Ikan	35
Gambar 4.4 Kontribusi Penyumbang Ketidakpastian.....	38



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Persyaratan Mutu Tepung Terigu SNI 3751:2009	7
Tabel 4.1 Absorbansi Larutan Standar.....	27
Tabel 4.2 Kadar Fe dalam Sampel Tepung Terigu	28
Tabel 4.3 Hasil Uji Homogenitas Kadar Fe	30
Tabel 4.4 Hasil Uji Presisi Pengujian Fe	32
Tabel 4.5 LoD dan LoQ	33
Tabel 4.6 Kontribusi Penyumbang Ketidakpastian	37



DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 Pembuatan Deret Standar.....	43
LAMPIRAN 2 Linearitas.....	45
LAMPIRAN 3 Pengujian Fe.....	46
LAMPIRAN 4 Uji Homogenitas.....	47
LAMPIRAN 5 Uji Presisi.....	49
LAMPIRAN 6 Penentuan LoD dan LoQ	50
LAMPIRAN 7 Pembuatan <i>Control Chart</i>	51
LAMPIRAN 8 Ketidakpastian Pengukuran.....	53



PENGENDALIAN MUTU PENGUJIAN Fe DALAM TEPUNG TERIGU SECARA SPEKTRIFOTOMETRI SERAPAN ATOM DI PT SUCOFINDO SBU LABORATORIUM CIBITUNG

Desi Nur'aeni

Program Diploma III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia

Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta

Email: desinuraeni512@gmail.com

INTISARI

Telah dilakukan pengendalian mutu pengujian Fe dengan spektrofotometer serapan atom. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui apakah sampel tepung terigu memenuhi standar kualitas yang diberlakukan SNI atau tidak, dan untuk mengetahui bagaimana hasil pengendalian mutu pengujian Fe dalam tepung terigu. Metode yang digunakan adalah cara destruksi kering sesuai dengan SNI 01-3571:2009. Pengendalian mutu dilakukan dengan pembuatan uji linearitas, uji homogenitas, uji presisi, bagan kendali, batas deteksi, batas kuantisasi, dan estimasi ketidakpastian pengukuran.

Kode sampel yang digunakan adalah 03, 04, 05, 08, 09,13, 15, dan 18. Hasil pengujian tertinggi yaitu 87,90 mg/kg dan hasil pengujian terendah yaitu 71,45 mg/kg, dengan rata-rata 76,90 mg/kg. Uji linearitas menunjukkan kurva bersifat linear, uji homogenitas menunjukkan sampel bersifat homogen, uji presisi didapatkan %RSD adalah 5,09%, dan bagan kendali didapatkan batas atas yang adalah 82,59 mg/kg, batas bawah yaitu 71,21 mg/kg dan batas tengah yaitu 76,90 mg/kg, dan ketidakpastian yang didapatkan $76,90 \pm 7,96$ mg/kg.

Kata kunci: pengendalian mutu, Fe, uji homogenitas, bagan kendali, estimasi ketidakpastian

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

PT *Supertending Company of Indonesia* (Persero) atau lebih dikenal SUCOFINDO merupakan BUMN Indonesia yang bergerak dalam bidang pemeriksaan, pengawasan, pengujian, dan pengkajian. PT Sucofindo SBU Laboratorium memiliki beberapa bagian, yaitu Analisa Lingkungan, Analisa Kimia Umum, Analisa Minyak dan Gas, Analisa Bahan Tambang, Kalibrasi, dan Teknik. Laboratorium Analisa Umum dibagi menjadi empat, yaitu Laboratorium Makanan dan Minuman, Laboratorium Farmasi, Laboratorium Hasil Pertanian, dan Laboratorium Mainan dan Tekstil.

Laboratorium Sucofindo merupakan laboratorium yang telah terakreditasi ISO/IEC 17025 sehingga harus mampu memberikan jaminan mutu hasil uji secara konsisten dari waktu ke waktu melalui penerapan sistem manajemen mutu yang terencana dan sistematis. ISO 9000: 2015 mendefinisikan bahwa pengendalian mutu adalah bagian dari manajemen mutu yang difokuskan pada pemenuhan persyaratan mutu. Tujuan pengendalian mutu adalah memastikan bahwa tahapan proses pengujian dapat berjalan efektif dan efisien dengan cara mengendalikan ketidaksesuaian atau kesalahan (*error*) yang mungkin terjadi (Hadi & Asiah, Statistik Pengendalian Mutu Internal, 2018). Melalui pengendalian mutu yang sistematis dan terencana, tahapan dalam proses pengujian dapat dikendalikan, dipantau, dan diperiksa untuk memastikan bahwa sistem manajemen mutu berjalan secara efektif (Hadi & Asiah, Statistik Pengendalian Mutu Internal, 2018). Pengendalian mutu pengujian zat besi dalam tepung terigu PT Sucofindo menggunakan parameter linearitas, homogenitas, presisi, batas deteksi, batas kuantisasi dan ketidakpastian pengukuran. Adapun bagan kendali ditetapkan dengan batas atas, batas bawah, batas peringatan atas, dan batas peringatan bawah.

Salah satu sampel yang masuk ke laboratorium hasil pertanian adalah tepung terigu. Berdasarkan SNI 01-3751:2008, tepung terigu merupakan tepung yang dibuat dari endosperma biji gandum *Triticum aestivum* L. (*club wheat*) dan atau *Triticum compactum* Host atau campuran keduanya dengan penambahan Fe, Zn, vitamin B1, vitamin B2, dan asam folat sebagai fortifikan. Baku mutu tepung terigu terdapat dalam SNI 3751:2009. Salah satu baku mutu tepung terigu adalah zat besi.

Zat besi (Fe) merupakan mineral esensial mikro yang berperan bagi tubuh (Sudiarta, Ratnayani, & Veliyana, 2019). Zat besi (Fe) dalam tubuh digunakan untuk mensintesis hemoglobin dalam darah sehingga konsentrasi hemoglobin tetap terjaga (Mandriawati, 2008). Besi mempunyai beberapa fungsi esensial di dalam tubuh yaitu sebagai alat angkut oksigen dari paru-paru ke jaringan tubuh, sebagai alat angkut elektron di dalam sel, dan sebagai bagian terpadu berbagai reaksi enzim di dalam jaringan tubuh (Almatsier, 2003). Kekurangan zat besi akan menyebabkan anemia defisiensi besi. Anemia defisiensi besi merupakan anemia yang timbul karena kekurangan zat besi sehingga pembentukan sel-sel darah merah dan fungsi lain dalam tubuh terganggu (Adriani & Wiratmadi, 2012).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, rumusan masalah yang dapat diambil yaitu:

1. Bagaimana hasil pengujian kadar Fe dibandingkan dengan standar kualitas yang ditetapkan SNI 01-3751:2009?
2. Bagaimana hasil pengendalian mutu penentuan kadar Fe pada tepung terigu dengan parameter linearitas, homogenitas, presisi, batas deteksi, batas kuantisasi, bagan kendali, dan estimasi ketidakpastian pengujian?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui apakah kadar Fe dalam tepung terigu memenuhi standar SNI 3751:2009.

2. Untuk mengetahui hasil pengendalian mutu penentuan kadar Fe dalam tepung terigu.

1.4 Manfaat

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini adalah:

1. Bagi Mahasiswa

Mahasiswa dapat mengetahui prosedur pengujian dan cara menginterpretasi data hasil uji untuk pengendalian mutu dengan bagan kendali.

2. Bagi Instansi

Bagan kendali yang didapatkan akan dijadikan *quality control* pengujian



BAB II DASAR TEORI

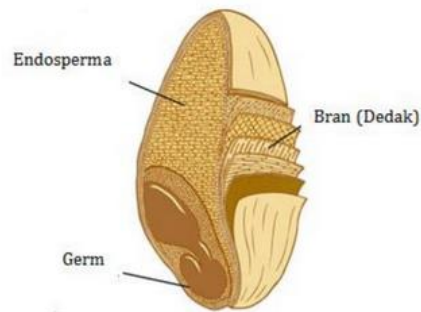
2.1 Profil PT Sucofindo SBU Laboratorium

PT Supertending Company of Indonesia (Persero) yang selanjutnya disebut SUCOFINDO merupakan Badan Usaha Milik Negara yang dibangun antara Pemerintah Republik Indonesia dengan SGS, Perusahaan inspeksi terbesar di dunia yang berpusat di Jenewa, Swiss. PT Sucofindo berdiri pada tanggal 22 Oktober 1956 berdasarkan Akta Notaris Johan Arifin Lumban Tobing Sutan Arifin Nomor 42. PT Sucofindo merupakan perusahaan inspeksi pertama di Indonesia. Kepemilikan saham Sucofindo beberapa kali mengalami perubahan. Saat ini kepemilikan Sucofindo 5% SGS dan 95% Pemerintah Indonesia (Sucofindo, 2018).

PT Sucofindo SBU Laboratorium memiliki beberapa bagian, yaitu Analisa Lingkungan, Analisa Kimia Umum, Analisa Minyak dan Gas, Analisa Bahan Tambang, Kalibrasi, dan Teknik. Laboratorium Analisis Kimia Umum memiliki beberapa bagian, yaitu Laboratorium Makanan dan Minuman, Laboratorium Farmasi, Laboratorium Hasil Pertanian, dan Laboratorium Mainan dan Tekstil.

2.2 Tepung Terigu

Tepung terigu merupakan tepung halus yang berasal dari biji gandum. Gandum hampir seluruhnya digunakan dalam industri pangan dalam bentuk tepung. Pengertian tepung terigu menurut SNI 01-3751:2009 merupakan tepung yang dibuat dari endosperma biji gandum *Triticum aestivum* L. (*club wheat*) dan atau *Triticum compactum* Host atau campuran keduanya dengan penambahan Fe, Zn, vitamin B1, vitamin B2, dan asam folat sebagai fortifikan. Berikut struktur morfologi biji gandum.



Gambar 2.1 Struktur Morfologi Biji Gandum (Leubner, 2000)

Gandum mengalami proses yang panjang hingga menjadi tepung terigu. Prosesnya dibagi dua, yaitu tahap persiapan dan penggilingan.

Tahap persiapan meliputi:

1. Pembersihan (*cleaning*)

Gandum dibersihkan dari kotoran-kotoran seperti debu, batang gandum, kulit gandum, kerikil, batu-batuan, biji-bijian selain biji gandum, dan lain-lain. Proses ini menggunakan ayakan kasar dan magnet untuk memisahkan benda-benda asing dan substansi logam yang terdapat dalam gandum.

2. Pelembapan (*dampening*)

Gandum yang telah dibersihkan dilakukan proses penambahan air sehingga memiliki kadar air yang diinginkan.

3. Pengondisian

Gandum mengalami proses pengondisian dengan menambahkan air pada gandum dan didiamkan selama waktu tertentu agar air benar-benar meresap. Tahap ini bertujuan untuk membuat kulit gandum menjadi liat sehingga tidak hancur pada saat digiling, dan dapat mencapai kadar air tepung terigu yang diinginkan serta memudahkan endosperma terlepas dari kulit dan melunakkan endosperma (Aptindo, 2013).

Tahap penggilingan meliputi:

1. Proses penggilingan

Proses penggilingan dilakukan dengan sebuah sistem yang menggunakan proses penyaringan dengan alur roda berputar menggunakan baja. Ketika gandum dimasukkan ke dalam mesin maka roda penggiling tersebut mengelupas biji gandum dari bran dan germ dan menghancurkan lapisan endosperm menjadi berkeping-keping. Hasil dari penghancuran disaring agar bagian-bagian tersebut dapat dipisahkan. Endosperm juga memiliki bagian luar dan bagian dalam. Bagian luar endosperm merupakan bagian yang dekat dengan bran sehingga mempunyai warna yang lebih gelap dan mempunyai protein yang lebih tinggi. Sedangkan bagian dalamnya, endosperm berwarna putih krem dan kandungan proteinnya lebih rendah dibandingkan dengan endosperm bagian luar..

2. Proses Penyaringan

Setelah melalui roda penggiling, bagian-bagian endosperm sudah cukup baik untuk disaring untuk menjadi tepung. *Stream* pertama, berasal dari bagian dalam kernel, *stream* selanjutnya terdiri dari bagian luar endosperm. Proses pengilangan, penyaringan, dan pemisahan akan menentukan kualitas tepung terigu.

3. Proses Penambahan Nutrisi

Tepung akan diperkaya dengan menambahkan nutrisi yaitu vitamin dan mineral, karena sebagian nutrisi dari tepung sudah ada yang hilang pada saat proses penggilingan untuk menghilangkan bran dan germ.

4. Proses *Aging dan Bleaching*

Tepung yang baru selesai digiling belum baik kualitasnya untuk digunakan dalam membuat roti. Gluten masih lemah dan belum elastis dan warna tepung masih kekuningan. Oleh karena itu, tepung akan disimpan dalam waktu beberapa bulan. Oksigen yang ada akan

mematangkan protein sehingga tepung menjadi lebih kuat dan elastis.

Selain itu, oksigen akan memudahkan warna tepung.

Syarat mutu tepung terigu dalam bahan makanan menurut diuraikan pada tabel 2.1.

Tabel 2.1 Persyaratan Mutu Tepung Terigu SNI 3751:2009

Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
Keadaan:		
a. Bentuk	-	serbuk
b. Bau	-	normal (bebas dari bau asing)
c. Warna	-	putih khas terigu
Benda asing	-	tidak ada
Serangga dalam semua bentuk stadia dan potongannya yang tampak	-	tidak ada
Kehalusan, lolos ayakan 212 μm (mesh no.70)	%	min 95
b/b		
Kadar air (b/b)	%	maks. 14,5
Kadar abu (b/b)	%	maks. 0,70
Kadar protein (b/b)	%	min. 7,0
Keasaman	mg KOH /100 g	maks. 50
<i>Falling number</i> (atas dasar kadar air 14%)	Detik	min. 300
Besi (Fe)	mg/kg	min. 50
Seng (Zn)	mg/kg	min. 30
Vitamin B1 (tiamin)	mg/kg	min. 2,5
Vitamin B2 (riboflavin)	mg/kg	min. 4
Asam folat	mg/kg	min. 2
Cemaran logam:		
a. Timbal (Pb)	mg/kg	maks. 1,0
b. Raksa (Hg)	mg/kg	maks. 0,05
c. Cadmium (Cd)	mg/kg	maks. 0,1
Cemaran Arsen	mg/kg	maks. 0,50
Cemaran mikroba		
a. Angka lempeng total	6	maks. 1×10^6
b. E-coli	koloni/g	maks. 10
c. Kapang		maks. 1×10^4
d. <i>Bacillus oereus</i>		maks. 1×10^4

2.3 Zat Besi (Fe)

Mineral dibagi menjadi dua yaitu mineral makro dan mineral mikro. Salah satu mineral mikro yang penting bagi tubuh adalah zat besi karena berfungsi dalam pembentukan sel darah merah dan sel oto. Zat besi dalam makanan dibedakan dalam dua kelompok, yaitu zat besi dalam makanan nabati yang berbentuk ion feri (Fe^{3+}) dan zat besi dalam makanan hewani berbentuk ferro (Fe^{2+}). Besi non heme yang berada pada makanan nabati akan diabsorpsi oleh sel mukosa usus dalam bentuk ferro (Fe^{2+}), sedangkan besi heme yang berada dalam makanan hewani langsung diserap oleh usus. Perubahan bentuk Fe^{2+} yang lebih larut dan lebih mudah untuk diabsorpsi oleh usus, terutama dibantu oleh vitamin C (asam askorbat). Besi heme menyusun sekitar 10-15% dari total besi dalam makanan. Absorpsi besi heme hampir sempurna dan sangat sedikit dipengaruhi oleh faktor-faktor lain dalam makanan, sedangkan absorpsi besi non heme tergantung pada seberapa besar bentuk tersebut dapat larut dalam usus, dimana perubahan ini sangat dipengaruhi oleh komposisi makanan (Naufal dkk, 2005).

Besi dalam makanan terikat pada molekul lain yang lebih besar. Zat besi dalam lambung akan dibebaskan menjadi ion feri (Fe^{2+}) oleh pengaruh asam lambung (HCl). Kebutuhan zat besi setiap orang berbeda, disesuaikan dengan pertumbuhan usia.

Tahun pertama kehidupan, bayi normal perlu memerlukan zat besi 0,8 miligram per hari (Nurbadriyah, 2019). Melansir *Healthline*, anak usia 1 sampai 3 tahun membutuhkan zat besi sekitar 7 miligram, anak usia 4 sampai 8 tahun membutuhkan sekitar 8 miligram, sedangkan anak usia 9 sampai 13 tahun membutuhkan sekitar 10 miligram. Saat seorang beranjak dewasa kebutuhan asupan zat besinya naik menjadi 18 miligram per hari, sedangkan wanita hamil membutuhkan lebih banyak asupan zat besi, yaitu 27 miligram per hari. Kekurangan zat besi akan menyebabkan anemia defisiensi besi. Anemia defisiensi besi merupakan anemia yang timbul karena kekurangan zat besi sehingga

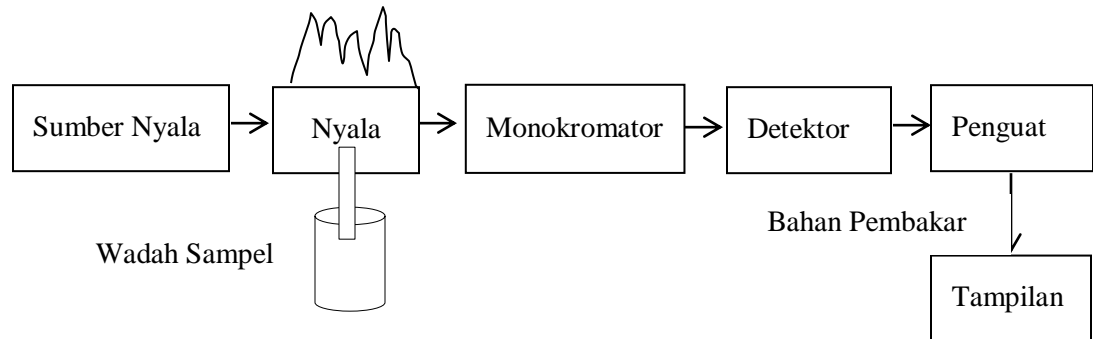
pembentukan sel-sel darah merah dan fungsi lain dalam tubuh terganggu (Adriani & Wiratmadi, 2012). Kekurangan zat besi juga akan mengakibatkan tubuh mudah merasa lelah, lemah, gelisah, terlihat pucat, mudah memar dan tangan atau kaki menjadi dingin. Sebaliknya, jika asupan zat besi dalam tubuh terlalu banyak, akan menimbulkan nyeri sendi, mudah sakit, perubahan warna kulit, juga proses transfusi darah akan menyebabkan zat besi terakumulasi.

2.4 Metode Spektrofotometri Serapan Atom

Spektrofotometri serapan atom (SSA) merupakan salah satu metode analisis yang dapat digunakan untuk menentukan unsur-unsur atau logam-logam pada suatu sampel. Prinsip metode ini adalah adanya absorpsi cahaya oleh atom yang akan menyerap energi cahaya pada panjang gelombang tertentu tergantung pada sifat unsur yang akan dianalisis (Khopkar, 1990).

Prinsip dasar dari teknik spektrofotometri serapan atom (SSA) adalah elektron suatu atom pada keadaan dasar akan menyerap energi cahaya pada panjang gelombang tertentu dan berubah ke tingkat energi yang lebih tinggi atau mengalami eksitasi. Jumlah atom yang melewati cahaya yang tereksitasi berbanding lurus dengan energi yang diserap. Konsentrasi atau jumlah atom elemen yang diuji dalam sampel dapat ditentukan dengan mengukur jumlah energi cahaya yang diserap (Suryana, 2001).

Kelebihan analisis dengan SSA yaitu dapat menentukan konsentrasi logam dalam campuran yang sangat kompleks dengan cepat dan ketepatan tinggi, dapat menentukan konsentrasi logam tertentu dari kepekaan yang sangat tinggi sampai besar dan dapat menentukan konsentrasi logam tertentu dengan kepekaan relatif kecil walaupun ada unsur lain yang kepekaannya relatif besar tanpa perlu dilakukan pemisahan terlebih dahulu (Suherman, 2011).



Gambar 2.2 Skema Alat Spektrofotometer Serapan Atom (Haswell,1991)

a. Sumber Sinar

Sumber sinar yang biasa digunakan untuk pengukuran SSA adalah lampu katoda cekung (*hollow cathode lamp*). Lampu katoda cekung terdiri dari anoda dan katoda dimana kedua elektroda tersebut berada dalam tabung gelas yang diisi dengan gas Neon (Ne) atau Argon (Ar) yang bertekanan rendah. Jendela kaca depan terbuat dari kuarsa atau silika boron. Sedangkan katodanya terbuat dari logam berbentuk cekung yang lama dengan unsur yang akan dianalisa dan anodanya terbuat dari Wolfram.

Apabila terdapat perbedaan potensial antara kedua elektroda, maka atom gas mulia disekitar anoda akan terionisasi menjadi bermuatan positif dan dengan kecepatan tinggi tertarik ke arah katoda. Benturan antara ion gas dengan katoda akan menyebabkan terpentalnya atom-atom dari katoda yang disebut sebagai "*sputtering*". Benturan lebih lanjut dari ion gas mulia akan memancarkan radiasi emisi pada waktu atom-atom logam kembali ke permukaan katoda (keadaan dasar) (Djunaidi, 2018).

b. Atomisator

Atomisator atau pembakar berfungsi untuk mengatomisasi logam-logam sehingga dapat menyerap energi radiasi yang diberikan. Untuk memperoleh atom-atom dalam keadaan dasar dilakukan dengan cara pemanasan. Larutan cuplikan disemprotkan ke dalam nyala dengan menggunakan nebulizer.

Nebulizer ini berfungsi mengubah larutan menjadi butir-butir kabut dan kemudian partikel-partikel kabut yang halus ini bersama-sama aliran gas bahan bakar masuk ke dalam nyala (Djunaidi, 2018).

Proses perubahan unsur metalik menjadi uap atau hasil disosiasi memerlukan energi panas. Selama proses atomisasi, temperatur harus dikendalikan dengan benar dan sangat hati-hati agar proses atomisasi dapat berjalan sempurna. Peristiwa yang terjadi selama proses atomisasi adalah:

1. Pelarut diuapkan sehingga meninggalkan atau meninggalkan residu.
2. Zat padat diuapkan dengan proses disosiasi menjadi atom-atom penyusunnya yang semula berada dalam keadaan dasar.
3. Beberapa atom tereksitasi ke tingkat yang lebih tinggi dan mencapai kondisi atom-atom tersebut dapat memancarkan energi (Basset, 1994).

c. Monokromator

Monokromator dalam sistem AAS berfungsi untuk memisahkan radiasi dari lampu katoda yang telah melalui pembakar dengan radiasi-radiasi lain yang dihasilkan oleh pembakar sehingga yang masuk ke dalam detektor merupakan radiasi monokromatis (Djunaidi, 2018).

d. Detektor

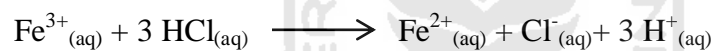
Detektor dalam sistem AAS berfungsi sebagai pengolah sinyal radiasi menjadi radiasi listrik (Djunaidi, 2018).

2.5 Penentuan besi total menggunakan SSA

Sampel dipreparasi terlebih dahulu sebelum dilakukan pengujian dengan destruksi. Destruksi merupakan pemecahan atau perombakan senyawa menjadi unsur-unsurnya atau dari bentuk organik logam menjadi bentuk logam-logam anorganik sebelum dilakukan analisis (Kristianingrum, 2012). Metode destruksi yang dilakukan dalam pengujian ini merupakan destruksi kering.

Destruksi kering merupakan perombakan organik logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam *muffle furnace* dan memerlukan suhu pemanasan tertentu. Umumnya dalam destruksi kering ini dibutuhkan suhu pemanasan antara 400-800°C, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis. Menentukan suhu pengabuan ditinjau dari jenis logam yang akan dianalisis. Bila oksida-oksida logam yang terbentuk tidak stabil, maka tidak mendapatkan hasil yang baik (Kristianingrum, 2012).

Logam Fe oksida yang terbentuk adalah Fe₂O₃ dan FeO. Oksida ini cukup stabil pada suhu pengabuan yang digunakan. Oksida-oksida ini kemudian dilarutkan ke dalam pelarut asam dan selanjutnya dipanaskan. Pelarut asam yang digunakan adalah HCl pekat. Penambahan HCl bertujuan untuk melarutkan Fe dan mengeluarkan gas H₂. Reaksi yang terjadi adalah:



Larutan yang telah dilakukan penambahan asam dan pemanasan ditera dalam labu takar sampai tanda batas, sehingga diperoleh sampel yang siap diuji dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

Sampel uji yang telah dipreparasi diukur serapannya dengan cara mengalirkan sampel melalui selang yang terhubung dengan alat, kemudian sampel tersebut diteruskan ke nebulizer untuk disembur ke dalam nyala api menggunakan *spray chamber*, sehingga terjadi atomisasi. Sumber cahaya dari lampu katoda dilewatkan ke nyala api yang telah teratomisasi, kemudian radiasi tersebut diteruskan ke detektor melalui monokromator. Detektor akan mengukur arus bolak-balik dari sumber radiasi sampel. Atom dari suatu unsur dalam keadaan dasar akan dikenai radiasi maka atom tersebut akan menyerap energi yang lebih tinggi atau tereksitasi. Atom-atom dari sampel akan menyerap sebagian sinar yang dipancarkan oleh sumber cahaya. Penyerapan energi terjadi pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan energi yang dibutuhkan oleh atom tersebut.

Jumlah energi yang diserap berbanding lurus dengan kadar besi total sampel (Basset dkk, 1994).

2.6 Pengendalian Mutu Pengujian Kimia

2.6.1 Linearitas

Linearitas adalah kemampuan suatu metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Pengujian linearitas suatu metode dilakukan dengan membuat larutan seri standar dengan minimal empat konsentrasi standar yang berbeda, rentang konsentrasinya adalah 50-150% dari konsentrasi analit yang ada dalam sampel (Riyanto, 2014).

Metode yang baik dalam suatu analisis yang baik memiliki linearitas deret standar dengan nilai koefisien determinasi (R^2) minimal 0,99 (Eviati, 2009) dan koefisien korelasi $\geq 0,995$ (SNI 6989-2009). Analisis untuk regresi linear adalah $y = bx + a$, dimana b adalah *slope* dan a adalah intersep. Hubungan linear yang ideal adalah $a = 0$ dan $r = +1$ atau -1 .

2.6.2 Homogenitas

Uji homogenitas digunakan untuk menguji apakah sebaran data dari dua variabel atau lebih berasal dari populasi yang homogen atau tidak, dengan cara membandingkan dua atau lebih variansnya. Homogenitas merupakan sesuatu yang sama pada setiap titik dan setiap saat (Kateman & Buydens, 1994). Uji homogenitas diperlukan untuk mengetahui dalam variable X dan Y bersifat homogen atau tidak. Dengan demikian data yang homogen dapat digunakan untuk proses analisis tahap selanjutnya.

Uji homogenitas dapat dilakukan dengan beberapa rumus, yaitu uji Fisher (uji F), uji Harley, uji Cochran, uji Levene, dan uji Bartlet. Namun, pada umumnya perhitungan yang dilakukan adalah uji fisher (F). Uji F dilakukan dengan menentukan varians terbesar dibanding dengan varians terkecil. Uji F relatif lebih mudah, tetapi memiliki keterbatasan pada

asumsi normalitas dan hanya digunakan untuk membandingkan dua kelompok data.

Faktor-faktor yang menyebabkan sampel atau populasi tidak homogen adalah proses sampling yang salah, bahan yang sulit untuk homogen, atau penyebaran kurang baik. Apabila sampel uji tidak homogen maka sampel tidak bisa digunakan dan diperlukan evaluasi kembali, mulai dari proses sampling sampai penyebaran dan dilakukan pengujian ulang sehingga mendapatkan sampel uji yang homogen.

Sampel akan dikatakan homogen apabila $F_{hitung} < F_{tabel}$. Uji homogenitas digunakan untuk menguji ukuran dengan cuplikan yang sama (n yang sama) untuk tiap kelompok. Berdasarkan sampel acak masing-masing independen diambil dari populasi tersebut. Jika sampel dari populasi kesatu berukuran n_1 dengan varians S_1^2 dan sampel dari populasi kedua berukuran n_2 dengan varians S_2^2 (Supardi, 2013). Kedua nilai berikut diperoleh dari persamaan MSB (*Mean Square Between*) dan MSW (*Mean Square Within*) dengan rumus berikut.

$$MSB = \frac{\Sigma[(a + b) - \bar{x}_{(a+b)}]^2}{2 \times (n - 1)}$$

$$MSW = \frac{\Sigma[(a + b) - \bar{x}_{(a+b)}]^2}{2n}$$

dengan,

a dan b : kadar pengukuran sampel

n : jumlah sampel (KAN, 2004)

2.6.3 Presisi

Presisi merupakan ukuran keterulangan metode analisis dan biasanya diekspresikan dengan simpangan baku relatif (*Relative Standard Deviation*). Nilai RSD juga sering disebut dengan koefisien variasi atau KV dari sejumlah pengukuran sampel (Rohman, 2014).

Penentuan presisi meliputi:

1. Repitabilitas (*Repeatability*)

Repitabilitas merupakan pengulangan pengujian yang bertujuan untuk mengukur keragaman nilai hasil pengujian terhadap sampel yang sama dari seorang analis dengan menggunakan metode pengujian dan peralatan yang sama dalam interval waktu yang sesingkat mungkin. Repitabilitas merupakan perbedaan ukuran presisi terkecil. Semakin kecil nilai repitabilitas, semakin presisi hasil pengulangan pengujian yang dilakukan oleh seorang analis. Repitabilitas juga dapat digunakan untuk melihat konsistensi analis, kestabilan peralatan, serta tingkat kesulitan metode pengujian yang digunakan (Hadi & Asiah, Statistik Pengendalian Mutu Internal, 2018).

Pengulangan pengujian yang dilakukan secara duplo, presisi ditentukan berdasarkan nilai perbedaan relatif yang diungkapkan dalam persentase (*relative percent different*, atau %RPD). Nilai %RPD dapat diperoleh dari rumus berikut.

$$\% \text{ RPD} = \frac{|x_1 - x_2|}{(x_1 + x_2)} \times 200\%$$

Pengulangan pengujian dilakukan lebih dari dua kali atau minimal tiga kali, presisi ditentukan berdasarkan simpangan baku relatif yang dinyatakan dalam persentase (*relative standard deviation*, atau %RSD). Nilai %RPD dapat ditentukan dengan rumus berikut.

$$\%RSD = \frac{sd}{\bar{x}} \times 100\%$$

2. Reprodusibilitas (*Reproducibility*)

Reprodusibilitas merupakan pengulangan pengujian yang bertujuan untuk mengukur keragaman nilai hasil pengujian terhadap sampel yang sama dengan analisis dan peralatan yang berbeda yang dilakukan pada satu atau lebih laboratorium dalam waktu yang sama atau berbeda. Uji reprodusibilitas yang dilakukan oleh dua analisis atau lebih yang memiliki kompetensi yang sama dalam satu laboratorium merupakan ukuran presisi *intermediate*, sedangkan uji reprodusibilitas terhadap dua laboratorium atau lebih merupakan ukuran presisi yang terbesar (Hadi & Asiah, Statistik Pengendalian Mutu Internal, 2018).

Batas keberterimaan presisi umumnya menggunakan persamaan Horwitz.

Persamaan $\%CV_{\text{Horwitz}}$ adalah:

$$\%CV_{\text{Horwitz}} = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

Dimana C adalah konsentrasi analit dinyatakan sebagai fraksi massa berdimensi (pembilang dan penyebut memiliki satuan yang sama (Riyanto, 2019)). Berdasarkan persamaan Horwitz tersebut, dapat diketahui bahwa semakin rendah kadar suatu analit yang diuji, batasan $\%RSD$ semakin besar. Semakin rendah kadar analit yang diuji, semakin tinggi tingkat kesulitan pengujian maka presisi yang baik sulit dicapai. Batas keberterimaan reprodusibilitas adalah $2/3 CV_{\text{Horwitz}}$. Sedangkan batas keberterimaan reprodusibilitas dalam dan antar laboratorium menggunakan persamaan HORRAT, yaitu perbandingan antara nilai $\%RSD$ perhitungan dan nilai $\%RSD$ prediksi. Batas keberterimaan Horrat, yaitu 0,3 sampai 1,5 untuk reprodusibilitas, dan 0,5 sampai 2 untuk reprodusibilitas antar laboratorium (Hadi & Asiah, Statistik Pengendalian Mutu Internal, 2018).

2.6.4 LoD (Limit of Detection) dan LoQ (Limit of Quantification)

Batas deteksi (*limit of detection*) dan batas kuantifikasi (*limit of quantification*) merupakan suatu parameter yang digunakan untuk menggambarkan sensitivitas suatu metode analisis. Batas deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi meskipun tidak selalu dapat dikuantifikasi. Batas deteksi merupakan kadar analit yang memberikan respon sebesar respon blanko (y_b) ditambah dengan tiga simpangan baku blanko ($3S_b$). LoD sering diekspresikan sebagai suatu konsentrasi pada rasio sinyal terhadap derau (*signal to noise ratio*) yang biasanya rasionya 2 atau 3 dibanding 1. (Rohman, 2014).

$$\text{LoD} = 3 \times \frac{S_{y/x}}{\text{slope}}$$

Batas kuantifikasi (*limit of quantification*) didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima pada kondisi operasional metode yang digunakan. *Signal to noise ratio* yang digunakan untuk menentukan LoQ adalah 10:1.

$$\text{LoQ} = 10 \times \frac{S_{y/x}}{\text{slope}}$$

2.6.5 Bagan Kendali (Control Chart)

Teknik pengendalian mutu semakin berkembang dengan digalakkannya menggunakan 7T di Jepang. Tujuh alat pengendali mutu dikenal dengan istilah “*magnificent seven*” mencakup *check sheet*, histogram, diagram Pareto, diagram sebab akibat, diagram pencar, bagan aliran, dan bagan kendali (Herjanto, 2015).

Bagan kendali pertama kali dikenalkan oleh Dr. Walter Andrew Shewhart dari Bell Telephone Laboratories, Amerika Serikat, pada tahun 1924, dengan tujuan untuk menghilangkan variasi tidak normal melalui

pemisahan variasi yang disebabkan oleh penyebab khusus (*special-cause variation*) dari variasi yang disebabkan oleh penyebab umum (*common-causes variation*) (Abdullah, 2015). Bagan kendali merupakan suatu teknik statistik yang banyak dipergunakan dalam menjamin bahwa suatu proses memenuhi standar.

Batas kendali suatu garis atau beberapa garis pada suatu bagan kendali yang digunakan dasar untuk memutuskan signifikansi variasi dari waktu (subgrup) ke waktu (subgrup). Variasi diluar batas kendali merupakan bukti bahwa sebab-sebab khusus mempengaruhi proses.

Bagan kendali terdiri dari tiga garis utama, yaitu garis pusat atau *Control Limit (CL)*, batas kendali atas atau *Upper Control Limit (UCL)*, batas kendali bawah atau *Lower Control Limit (LCL)*, dengan dua garis peringatan yaitu batas peringatan atas *Upper Warning Limit (UWL)* dan *Lower Warning Limit (LWL)*. Berikut rumus menentukan UCL, LCL, UWL, dan LWL.

Upper Control Limit (UCL)

$$UCL = \bar{X} + 3.SD$$

Upper Warning Limit (UWL)

$$UWL = \bar{X} + 2.SD$$

Lower Control Limit (LCL)

$$LCL = \bar{X} - 3.SD$$

Lower Warning Limit (LWL)

$$LWL = \bar{X} - 2.SD$$

Upper Control Limit (UCL)

$$UCL = \bar{X} + 3.SD$$

Upper Warning Limit (UWL)

$$UWL = \bar{X} + 2.SD$$

Lower Control Limit (LCL)

$$LCL = \bar{X} - 3.SD$$

Lower Warning Limit (LWL)

$$LCL = \bar{X} - 2.SD$$

2.6.6 Ketidakpastian

Ketidakpastian (μ) adalah suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang didalamnya terdapat nilai benar. Ketidakpastian memadukan semua kesalahan yang diketahui menjadi suatu kesalahan tunggal. Simbol ketidakpastian adalah \pm , misalnya hasil pengukuran ketidakpastian suatu konsentrasi dinyatakan dengan konsentrasi $(X) \pm U$ (nilai ketidakpastian, artinya rentang konsentrasi tersebut berada diantara $X - U$ sampai $X + U$. Perhitungan rentang ketidakpastian dinamakan sebagai pengukuran ketidakpastian (*uncertainty measurement*) (Pranomo, 2014).

Estimasi ketidakpastian merupakan indikator yang dapat digunakan untuk menentukan kehandalan atau kapasitas suatu laboratorium pengujian atau kalibrasi. Ketidakpastian menunjukkan bahwa laboratorium tersebut sudah memperhitungkan faktor kesalahan dalam menentukan nilai benar (Kusumaningtyas dkk, 2016).

Berikut merupakan tata cara menghitung ketidakpastian:

1. Tentukan model matematika proses pengujian
2. Identifikasi sumber ketidakpastian
 - a. Identifikasi ketidakpastian baku tipe A

Evaluasi ketidakpastian tipe A menggunakan perhitungan statistik, yaitu bila pengulangan dilakukan, nilai rerata simpangan baku eksperimen dari rerata (*experimental standard deviation of the mean, ESDM*) dapat dihitung sebagai berikut.

$$ESDM = \frac{sd}{\sqrt{n}}$$

dengan,

sd = simpangan baku

n = jumlah pengulangan pengujian

$ESDM$ = *experimental standard deviation of the mean*
(simpangan baku experiment dari rerata) (Hadi, 2019).

Jika hasil pengujian mempertimbangkan kurva kalibrasi dengan menggunakan regresi linear, ketidakpastian dihitung berdasarkan rumus berikut.

$$u_{linearitas} = \frac{sd}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(x_{sampel} - \bar{x})^2}{\sum (x_i - \bar{x})^2}}$$

Keterangan:

sd = simpangan baku residual regresi linear

b = kemiringan (*slope*) kurva kalibrasi regresi linear

p = pengulangan pengujian

n = jumlah deret larutan kerja kurva kalibrasi

x_{sampel} = kadar sampel

\bar{x} = rerata kadar deret larutan standar dalam kurva kalibrasi

x_i = kadar deret standar ke-I dalam kurva kalibrasi (Hadi, 2019).

b. Identifikasi ketidakpastian baku tipe B

Evaluasi tipe B diperoleh dengan cara selain statistika, namun didasarkan pada justifikasi ilmiah menggunakan semua informasi relevan yang tersedia, antara lain:

- a. Sertifikat standar bahan acuan termasuk bahan kimia;
- b. Sertifikat kalibrasi peralatan ukur;
- c. *Handbook, literature, catalog*, spesifikasi peralatan, dan metode pengujian atau metode kalibrasi; dan

d. Berat molekul senyawa kimia (Hadi, 2019).

3. Hitung ketidakpastian gabungan

Ketidakpastian baku gabungan dari suatu pengukuran, dinotasikan dengan u_c , diambil untuk mewakili taksiran simpangan baku (*estimated standard deviation*). Ketidakpastian gabungan dapat dihitung dengan rumus berikut.

$$u_c = y \sqrt{\left(\frac{u_{(a)}}{a}\right)^2 + \left(\frac{u_{(b)}}{b}\right)^2 + \left(\frac{u_{(c)}}{c}\right)^2 + \dots}$$

4. Hitung derajat kebebasan efektif

Derajat kebebasan efektif diperhitungkan untuk memperoleh pemilihan nilai faktor pengali yang tepat untuk distribusi normal dengan menggunakan tabel-t dan juga memberikan kehandalan penaksiran ketidakpastian (Hadi, 2019).

5. Hitung ketidakpastian diperluas

Hasil perhitungan ketidakpastian gabungan dievaluasi serta dilaporkan dalam bentuk ketidakpastian diperluas dengan mengalihkan ketidakpastian gabungan (U_c) dengan faktor cakupan yang dinyatakan dengan simbol k yang pada umumnya dinyatakan 2 untuk tingkat kepercayaan 95% (Hadi, 2019).

Nilai ketidakpastian diperluas yaitu:

$$u_{95\%,k=2} = 2 \times u_c$$

6. Laporkan dan evaluasi kesesuaian

Hasil pengujian dilaporkan satu dua angka penting. Laporan hasil pengukuran termasuk ketidakpastian dinyatakan sebagai berikut.

$$\text{Laporan : } \bar{x} \pm U_{95\% k=2} (\text{satuan})$$

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat

Peralatan yang digunakan adalah labu ukur 100 mL merek *Pyrex*, cawan porselin kapasitas 50 mL, tanur listrik, pengarangan, neraca analitik terkalibrasi, pipet ukur merek *Pyrex* dengan kapasitas 1 mL; 2 mL; 5 mL; 10 mL; 20 mL; dan 25 mL, Spektrofotometer Serapan Atom Nyala terkalibrasi dengan lampu katoda Fe merek *Agilent Technology AA240 FS*.

3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel tepung terigu, HCl pekat 37% merek *Merck*, larutan baku Fe 1000 mg/L merek *Merck*, akuabides, dan kertas saring whatman no.41 dengan diameter 110 mm.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Penentuan Kadar Besi Total

a. Preparasi Sampel

Sampel tepung terigu sebanyak ± 5 gram dimasukkan kedalam cawan porselin, kemudian disimpan diatas pengarangan sampai asapnya hilang. Proses pengarangan dilakukan di ruang asam. Cawan porselin dimasukkan kedalam tanur pada suhu 550°C sampai warna sampel putih atau kelabu. Setelah sampel berwarna putih atau kelabu, cawan porselin dikeluarkan dari pengarangan, kemudian ditambahkan HCl pekat sebanyak 20 mL dan dipanaskan diatas *hot plate*. Setelah volume ± 10 mL, cawan porselin diangkat dari *hot plate* dan didinginkan. Larutan hasil destruksi dipindahkan ke labu ukur 100 mL, lalu ditera dengan air suling sampai tanda batas dan dihomogenkan.

b. Penentuan konsentrasi besi dalam sampel tepung terigu

Sampel yang telah dipreparasi diukur dengan SSA-nyala pada panjang gelombang 248,3 nm. Nilai absorbansi yang diperoleh digunakan untuk menentukan konsentrasi besi masing-masing sampel dengan memasukkannya ke dalam persamaan regresi linear yang diperoleh dari kurva kalibrasi.

3.3.2 Pengendalian Mutu

3.2.2.1 Linearitas

- a. Pembuatan larutan standar besi 100 mg/L
Sebanyak 10 mL larutan standar 1000 mg/L dipipet kedalam labu ukur 100 mL dan ditera dengan air suling sampai tanda batas dan dihomogenkan.
- b. Pembuatan deret standar besi 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10; 20; 25 mg/L
Sebanyak 1,0; 2,0; 5,0; 10; 20; dan 25 mL larutan standar 100 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 100 mL dan ditera menggunakan air suling sampai tanda batas dan dihomogenkan, sehingga diperoleh larutan besi 1,0; 2,0; 5,0; 10; 20; 25 mg/L.
Sebanyak 5 mL larutan standar 10 mg/L dipipet kedalam labu ukur 100 mL dan ditera menggunakan air suling sampai tanda batas dan dihomogenkan, sehingga diperoleh larutan besi 0,5 mg/L.
- c. Pembuatan kurva kalibrasi
Instrument Spektrofotometer Serapan Atom Nyala dioptimasi sesuai dengan petunjuk penggunaan alat sebelum digunakan untuk analisis, kemudian dilanjutkan dengan pengukuran blanko dan masing-masing deret standar Fe pada panjang gelombang 248,3 nm.

3.2.2.2 Homogenitas

Sampel yang telah dihomogenkan diambil delapan kali secara acak, kemudian dimasukkan kedalam wadah sampel dan diberi kode sampel 03, 04,

05, 08, 09, 13, 15, 18. Masing-masing sampel diuji dengan spektrofotometer serapan atom secara duplo. Hasil pengujian ditentukan homogenitasnya dengan uji Fisher. Sampel dikatakan homogen jika $F_{hitung} >$ dari F_{tabel} . F hitung ditentukan dengan rumus berikut.

$$F_{hitung} = \frac{MSB}{MSW}$$

Menentukan MSB dan MSW dapat menggunakan persamaan berikut.

$$MSB = \frac{\Sigma[(a + b) - \bar{x}_{(a+b)}]^2}{2 \times (n - 1)}$$

$$MSW = \frac{\Sigma[(a + b) - \bar{x}_{(a+b)}]^2}{2n}$$

3.2.2.3 Presisi

Sampel yang telah diambil sebanyak 8 kali, dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom. Masing-masing kode sampel diuji sebanyak 2 kali. Hasil pengujian tersebut dihitung %RSD dengan rumus berikut.

$$\%RSD = \frac{sd}{\bar{x}} \times 100\%$$

3.2.2.4 LoD dan LoQ

LoD dan LoQ ditentukan dengan kurva kalibrasi yang telah dibuat. LoD dan LoQ dihitung dengan rumus berikut.

$$LoD = 3 \times \frac{S_{y/x}}{slope}$$

$$LoQ = 10 \times \frac{S_{y/x}}{slope}$$

3.2.2.5 Bagan Kendali

Hasil analisis semua sampel, dihitung batas atas, batas atas, batas tengah, batas peringatan atas dan batas peringatan bawah, kemudian dibuat bagan kendali dengan *microsoft excel*.

Upper Control Limit (UCL)

$$UCL = \bar{X} + 3.SD$$

Upper Warning Limit (UWL)

$$UCL = \bar{X} + 2.SD$$

Lower Control Limit (LCL)

$$LCL = \bar{X} - 3.SD$$

Lower Warning Limit (LWL)

$$LCL = \bar{X} - 2.SD$$

3.2.2.6 Ketidakpastian Pengujian

Identifikasi sumber ketidakpastian dilakukan dengan membuat diagram tulang ikan. Parameter uji diletakkan sebagai kepala ikan. Masing-masing komponen ditentukan tipe ketidakpastiannya. Tipe A berdasarkan pekerjaan eksperimental dan dihitung dari rangkaian pengamatan berulang, sedangkan tipe B berdasarkan informasi yang dapat dipercaya. Setelah masing-masing komponen dihitung ketidakpastiannya, dihitung ketidakpastian gabungan dengan rumus berikut.

$$\frac{\mu X}{X Fe} = \sqrt{\left(\frac{\mu A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\mu B}{B}\right)^2 + \left(\frac{\mu C}{BC}\right)^2 + \left(\frac{\mu n}{n}\right)^2}$$

Nilai hasil uji berada dalam rentang yang diberikan oleh ketidakpastian, maka ketidakpastian gabungan dikalikan dengan faktor cakupan (k). Faktor cakupan untuk tingkat kepercayaan 95% adalah 2.

Ketidakpastian yang dicantumkan dalam laporan adalah ketidakpastian diperuas (U). Pelaporan hasil uji ditulis $X \pm U$.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel

Sampel tepung terigu yang telah dihomogenkan ditimbang sebanyak 5 gram didalam cawan porselin, kemudian diarangkan sampai tidak mengeluarkan asap. Proses pengarangan bertujuan untuk menghilangkan asap, sehingga tanur tidak mudah rusak. Sampel yang telah diarangkan dimasukkan kedalam tanur pada suhu $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ sampai kelabu, kemudian ditambahkan 20 mL HCl pekat kedalam cawan porselin. Larutan HCl pekat digunakan sebagai pendestruksi. HCl dipilih karena mudah diuapkan dan berfungsi mempercepat pemutusan ikatan antara senyawa organik dengan logam besi dalam sampel. Larutan tersebut kemudian dipanaskan sampai volume berkurang, kurang lebih setengah dari volume awal atau ± 10 mL. Larutan disaring dengan kertas whatman no. 41 agar residu tidak ikut dan tidak mengganggu pembacaan dengan AAS. Filtrat tersebut dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan H_2O sampai tanda batas.

4.2 Penentuan Kadar Fe dalam Sampel

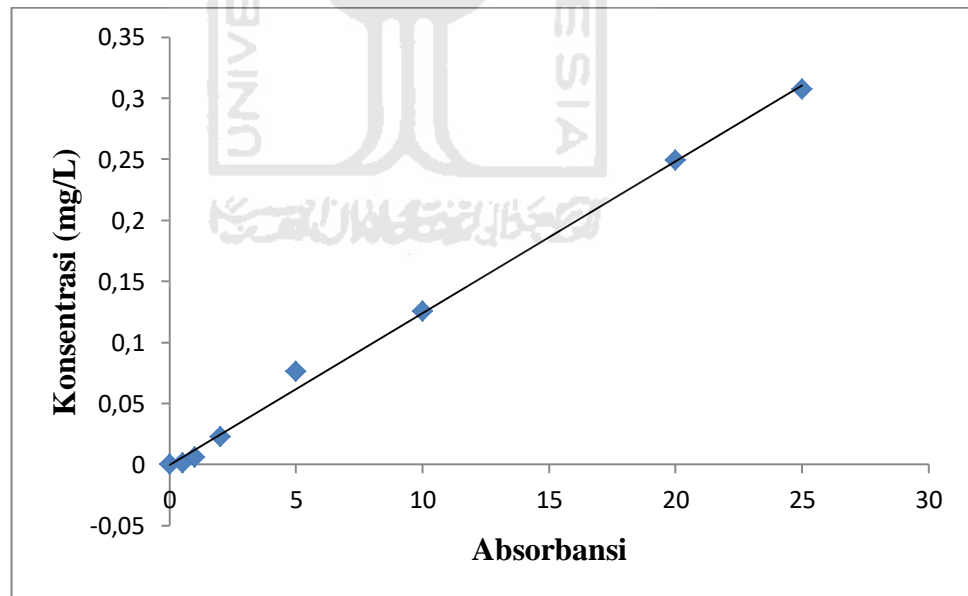
4.2.1 Penentuan Kurva Kalibrasi

Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan cara mengukur absorbansi larutan standar dengan konsentrasi yang berbeda-beda. Larutan standar dibuat dengan mengencerkan larutan standar Fe 1000 mg/L ke 100 mg/L, kemudian dilarutkan menjadi konsentrasi 0,5; 1; 2; 5; 10; 20; dan 25 mg/L. Larutan standar tersebut kemudian diukur dengan spektrofotometer serapan atom dengan panjang gelombang 248,3 nm. Kurva kalibrasi dibuat untuk mengetahui hubungan antara konsentrasi dan absorbansi.

Tabel 4.1 Absorbansi Larutan Standar

Konsentrasi Standar (mg/L)	Absorbansi
0	0
0,5	0,0014
1	0,0057
2	0,0228
5	0,0763
10	0,1255
20	0,2491
25	0,3072

Tabel 4.1 menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi larutan standar maka semakin besar pula absorbansinya. Konsentrasi larutan standar sebagai sumbu x, sedangkan absorbansi sebagai sumbu y, sehingga kurva kalibrasi yang didapatkan seperti dalam gambar 4.1



Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Deret Standar

Berdasarkan gambar 4.1 slope yang didapatkan adalah 0,0124, dan intersep -0,0002, sehingga persamaan yang didapatkan $y=0,0124x-0,0002$.

4.2.2 Penentuan Kadar Fe dalam Sampel

Penentuan kadar Fe dalam sampel dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Pengujian dilakukan pada panjang gelombang 248,3 nm. Rumus yang digunakan untuk menentukan kadar Fe sebagai berikut.

$$\text{Kadar Fe } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) = \frac{y - a}{b}$$

$$\text{Kadar Fe } \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) = \frac{\text{Kadar Fe } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times V \text{ labu (L)} \times fp}{\text{massa sampel (kg)}}$$

Persamaan yang didapatkan dari kurva kalibrasi adalah $y=0,0124x-0,0002$. Berdasarkan persamaan tersebut, didapatkan hasil kadar Fe dalam tepung terigu sebagai berikut.

Tabel 4.2 Kadar Fe dalam Sampel Tepung Terigu

Sampel	Bobot Sampel (g)	Absorbansi	Kadar Fe (mg/L)	Kadar Fe (mg/kg)	Rata-rata
3	5.0004	0.0498	4.0323	80.64	79.75
	5.0001	0.0487	3.9435	78.87	
4	5.0001	0.0467	3.7823	75.64	77.73
	5.0008	0.0493	3.9919	79.83	
5	5.0001	0.0441	3.5726	71.45	79.68
	5.0001	0.0543	4.3952	87.90	
8	5.0000	0.0461	3.7339	74.68	75.32
	5.0002	0.0469	3.7984	75.96	
9	5.0001	0.0467	3.7823	75.64	75.96
	5.0007	0.0471	3.8145	76.28	
13	5.0000	0.0466	3.7742	75.48	75.40
	5.0002	0.0465	3.7661	75.32	
15	5.0000	0.0443	3.5887	71.77	75.81
	5.0001	0.0493	3.9919	79.84	
18	5.0004	0.0469	3.7984	75.96	75.56
	5.0007	0.0464	3.7581	75.15	

Kadar besi total pada tepung terigu rata-rata 76,90 mg/kg. Hasil tersebut menunjukkan bahwa sampel tepung terigu memenuhi baku mutu yang ditetapkan SNI 01-3751:2009 yaitu minimal 50 mg/kg.

4.3 Pengendalian Mutu Pengujian

4.3.1 Uji Linearitas

Linearitas menunjukkan kemampuan metode analisis untuk menghasilkan respon yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel pada kisaran atau rentang yang ada. Uji linearitas dilakukan dengan satu seri larutan standar yang terdiri dari minimal empat konsentrasi yang berbeda dengan rentang 50-150% dari kadar analit dalam sampel. Parameter hubungan kelinearan yang digunakan yaitu koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R^2) pada regresi linier $y = bx + a$ (b adalah slope, a adalah intersep, x adalah konsentrasi analit dan y adalah respon instrument (Riyanto, 2019).

Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai $a = 0$ dan $r = +1$ atau -1 . Berdasarkan kurva kalibrasi yang telah dibuat, didapatkan persamaan $y=0,0124x-0,0002$ dengan koefisien korelasi (r) yaitu 0,9986 dan koefisien determinasi (R^2) 0,9972. Nilai keberterimaan untuk koefisien korelasi adalah $\geq 0,9950$ agar suatu pengujian dapat dikatakan valid. Koefisien korelasi yang didapatkan lebih dari 0,995, hasil tersebut menunjukkan bahwa hubungan antara absorbansi dan konsentrasi sangat kuat, semakin besar konsentrasi maka semakin besar pula absorbansinya.

Nilai koefisien korelasi pengujian besi untuk sampel *quality control* di Laboratorium hasil pertanian di PT. Sucofindo SBU Laboratorium Cibitung didapatkan 0,9986. Hasil tersebut memenuhi kriteria keberterimaan, yaitu lebih dari 0,9950.

4.3.2 Uji Homogenitas

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui apakah sampel tepung terigu yang digunakan untuk *quality control* homogen atau tidak. Sampel dinyatakan homogen apabila $F_{hitung} < F_{tabel}$. Nilai F_{hitung} dapat ditentukan dengan rumus (1)

$$F_{hitung} = \frac{MSB}{MSW} \dots\dots\dots(1)/(4.1)$$

Nilai MSB atau *Mean Square Between* (perbedaan antar contoh) dan nilai MSW atau *Mean Square Within* (perbedaan dalam contoh) dapat ditentukan dengan rumus sebagai berikut.

$$MSB = \frac{\Sigma[(a+b)-\bar{x}(a+b)]^2}{2 \times (n-1)} \dots\dots\dots(2)/(4.2)$$

$$MSW = \frac{\Sigma[(a-b)-\bar{x}(a-b)]^2}{2n} \dots\dots\dots(3)/(4.3)$$

Melalui persamaan 4.2 dan 4.3 tersebut dapat dihiung F_{hitung} sebagai berikut.

Tabel 4.3 Hasil Uji Homogenitas Kadar Fe

Kode Sampel	Kadar Fe(mg/kg)		(a+b)	[(a+b)- \bar{x}] ²	a-b	[(a-b)- \bar{x}] ²
	a	B				
3	80,64	78,87	159,51	32,55	1,7693	27,60
4	75,64	79,83	155,47	2,78	-4,1823	0,49
5	71,45	87,90	159,35	30,79	-16,4513	168,14
8	74,68	75,96	150,64	9,99	-1,2873	4,83
9	75,64	76,28	151,92	3,53	-0,6360	8,11
13	75,48	75,32	150,80	9,00	0,1643	13,31
15	71,77	79,84	151,61	4,80	-8,0629	20,96
18	75,96	75,15	151,11	7,24	0,8109	18,45
Rata-rata			153,80		-3,4844	
Jumlah				100,68		261,89
MSB	7,191					
MSW	16,368					
F Hitung	0,439					
F Tabel	4,600					
Hasil	0,439 < 4,60					
Keberterimaan	$F_{hitung} < F_{tabel}$					
Kesimpulan	Homogen					

Nilai F tabel diketahui dari tabel distribusi F dengan probabilitas 0,05. Nilai F_{tabel} yang didapatkan adalah 4,60. Nilai MSB yang diperoleh adalah 7,191 dan nilai MSW adalah 16,368, sehingga nilai F_{hitung} yang didapatkan adalah 0,439. Berdasarkan hasil berikut dapat diketahui bahwa $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$ sehingga dapat disimpulkan bahwa sampel tersebut homogen. Hasil tersebut menunjukkan bahwa setiap titik dalam sampel memiliki kadar besi total yang sama.

4.3.3 Uji Presisi

Pengujian presisi dilakukan untuk mengetahui kedekatan atau kesesuaian antara hasil uji yang satu dengan yang lainnya pada serangkaian pengujian. Pengujian presisi yang dilakukan merupakan uji replitabilitas (*repeatability*). Replitabilitas dilakukan juga untuk melihat konsistensi analisis, kestabilan peralatan, serta tingkat kesulitan metode pengujian yang dilakukan. Pengulangan pengujian lebih dari dua kali ditentukan berdasarkan simpangan baku relatif yang dinyatakan dalam persentase (%RSD). Nilai %RSD dapat ditentukan dengan rumus berikut.

$$\%RSD = \frac{sd}{\bar{x}} \times 100\%$$

Keberterimaan nilai RSD ditentukan dengan CV_{Horwitz} . Batas keberterimaan %RSD adalah kurang dari $2/3 V_{\text{Horwitz}}$. Menentukan CV_{Horwitz} dapat dengan rumus berikut.

$$\%CV_{\text{Horwitz}} = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

$$\%CV_{\text{Horwitz}} = 2^{(1-0,5 \log 76,90 \times 10^{-6})}$$

$$\%CV_{\text{Horwitz}} = 2^{3,0570}$$

$$\%CV_{\text{Horwitz}} = 8,3224$$

$$2/3 CV_{\text{Horwitz}} = 5,5483$$

Tabel 4.4 Hasil Uji Presisi Pengujian Fe

Kode Sampel	Kadar Fe (mg/kg)
3	80,64
	78,87
4	75,64
	79,83
5	71,45
	87,90
8	74,68
	75,96
9	75,64
	76,28
13	75,48
	75,32
15	71,77
	79,84
18	75,96
	75,15
Rata-rata	76,90
SD	3,91
RSD	5,09
CV Horwitz	8,32
2/3 CV Horwitz	5,55

Sebagaimana tertuang di dalam tabel 4.3, nilai %RSD yang didapatkan adalah 5,09% sedangkan nilai 2/3 CV Horwitz adalah 5,55%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa hasil analisis memiliki presisi atau kedekatan hasil pengujian yang cukup baik.

4.3.4 LoD dan LoQ

Limit deteksi (LoD) merupakan parameter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat atau *instrument* untuk mengukur sejumlah analit tertentu. Limit kuantisasi (LoQ) merupakan jumlah analit terkecil dalam sampel yang masih

dapat diukur dengan akurat dan presisi oleh alat atau *instrument* (Sumarno & Kusumaningtyas, 2018).

Limit deteksi dan limit kuantisasi dapat ditentukan melalui rumus berikut.

$$LoD = 3 \times \frac{S y/x}{slope}$$

$$LoQ = 10 \times \frac{S y/x}{slope}$$

Tabel 4.5 LoD dan LoQ

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (Y)	Yi	Y-Yi	(Yi-Y)^2
0	0	0,0002	0,0002	4,00×10 ⁻⁸
0,5	0,0014	0,006	-0,0046	2,12×10 ⁻⁵
1	0,0057	0,0122	-0,0065	4,23×10 ⁻⁵
2	0,0228	0,0246	-0,0018	3,24×10 ⁻⁶
5	0,0763	0,0618	0,0145	2,10×10 ⁻⁴
10	0,1255	0,1238	0,0017	2,89×10 ⁻⁶
20	0,2491	0,2478	0,0013	1,69×10 ⁻⁶
25	0,3072	0,3098	-0,0026	6,76×10 ⁻⁶
		Jumlah		2,88×10 ⁻⁴
		S y/x		6,93×10 ⁻³
		LOD		1,6770
		LOQ		5,5900

Berdasarkan tabel 4.4 didapatkan bahwa batas deteksi adalah 1,68 dan batas kuantisasi 5,59 mg/L, sedangkan rata-rata kadar Fe dalam sampel adalah 3,85 mg/L. Kadar Fe dalam sampel lebih besar dari batas deteksi, namun lebih kecil dari batas kuantisasi. Hal tersebut menunjukkan bahwa kadar besi total dalam sampel masih dapat terdeteksi namun tidak dapat terkuantisasi (akurasi dan presisi) yang baik.

4.3.5 Pembuatan Control Chart

Control chart atau bagan kendali merupakan informasi yang menunjukkan bahwa pengujian ada dalam batas kendali atau tidak. Bagan kendali dibuat sebagai *quality control* pengujian yang dilakukan.

Grafik dalam bagan kendali atau *control chart* terdiri dari lima garis yang merupakan batas-batas kendali, yaitu *UCL* (*Upper Control Limit*), *UWL* (*Upper Warning Limit*), *CL* (*Control Limit*), *LWL* (*Lower Warning Limit*), dan *LCL* (*Lower Control Limit*). Menentukan nilai-nilai tersebut menggunakan rumus sebagai berikut.

Upper Control Limit (UCL)

$$UCL = \bar{X} + 3.SD$$

Upper Warning Limit (UWL)

$$UWL = \bar{X} + 2.SD$$

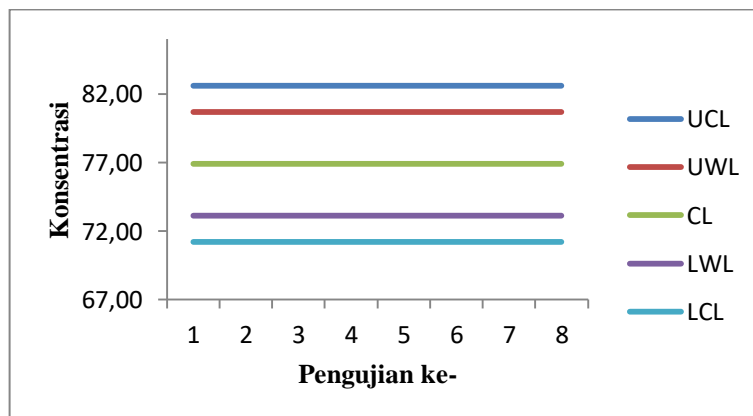
Lower Control Limit (LCL)

$$LCL = \bar{X} - 3.SD$$

Lower Warning Limit (LWL)

$$LWL = \bar{X} - 2.SD$$

Nilai UCL, UWL, CL, LWL, LCL yang diperoleh berturut-turut adalah 82,59; 80,69; 76,90; 73,11; 71,21. Berdasarkan rumus berikut, hasil *control chart* dapat dilihat pada gambar 4.2



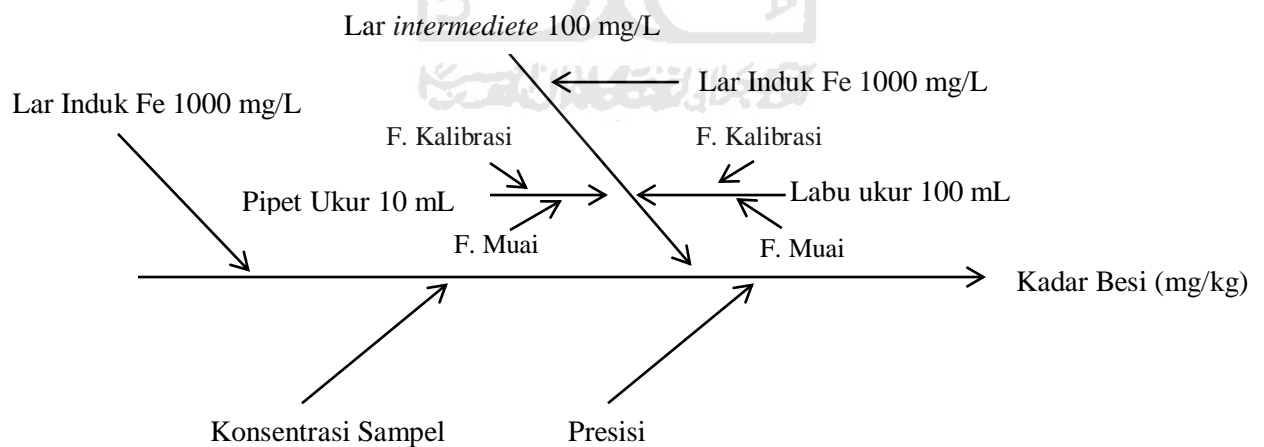
Gambar 4.2 Control Chart

Diagram control chart belum digunakan karena belum dilakukan pengujian berkala untuk sampel tersebut. Hal tersebut karena waktu praktik kerja lapangan yang terbatas.

4.3.6 Ketidakpastian Pengujian

Ketidakpastian merupakan bagian penting dalam suatu analisis kuantitatif. Dalam dokumen standar “Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi” ISO/IEC17025:2005 diatur juga persyaratan ketidakpastian, yaitu dalam butir 5.4.6. dalam standar itu diatur bahwa laboratorium wajib mempunyai dan menerapkan prosedur untuk mengestimasi ketidakpastian pengukuran.

Menentukan ketidakpastian diperlukan diagram tulang ikan untuk memudahkan menentukan komponen apa saja yang menjadi penyumbang ketidakpastian. Diagram tulang ikan berisi komponen-komponen yang memungkinkan menjadi penyumbang ketidakpastian selama penentuan konsentrasi besi total. Berikut diagram tulang ikan penentuan konsentrasi besi total dalam sampel.



Gambar 4.3 Diagram Tulang Ikan

Gambar 4.3 menunjukkan bahwa penyumbang ketidakpastian penentuan kadar besi total dalam sampel adalah larutan induk, larutan standar *intermediate*, presisi, dan konsentrasi sampel.

Ketidakpastian volume dapat ditentukan dengan rumus sebagai berikut.

$$\mu \text{ kalibrasi} = \frac{S}{k}$$

$$\mu \text{ faktor muai} = \frac{V \times \Delta T \times \alpha}{k}$$

Keterangan:

- S : nilai ketidakpastian alat (sertifikat)
 K : ketetapan, ($\sqrt{6}$) untuk faktor kalibrasi dan ($\sqrt{3}$) untuk faktor muai
 V : volume alat ukur yang digunakan (mL)
 ΔT : selisih antara suhu ruang dengan suhu pada alat ($^{\circ}\text{C}$)
 α : $2,1 \times 10^{-4}$

Setelah menentukan ketidakpastian masing-masing komponen, dihitung ketidakpastian gabungan dengan rumus sebagai berikut.

$$\frac{\mu X}{X \text{ Fe}} = \sqrt{\left(\frac{\mu A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\mu B}{B}\right)^2 + \left(\frac{\mu_n}{n}\right)^2}$$

Keterangan:

- μx : ketidakpastian konsentrasi (asal tulang utama)
 $\mu x \text{ Fe}$: ketidakpastian konsentrasi besi (asal kurva kalibrasi)
 $\mu A - \mu_n$: ketidakpastian tiap komponen
 A-n : nilai tiap komponen (massa, volume, dll)

$$\frac{\mu C}{76,90} = \sqrt{\left(\frac{2 \text{ mg/L}}{1000 \text{ mg/L}}\right)^2 + \left(\frac{0,35 \text{ mg/L}}{100 \text{ mg/L}}\right)^2 + \left(\frac{0,0509}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,6410}{76,90}\right)^2}$$

$$\mu C = 3,98$$

Nilai ketidakpastian gabungan dikalikan selang kepercayaan untuk mendapatkan nilai ketidakpastian gabungan. Nilai selang kepercayaan yang

sering digunakan dalam menentukan ketidakpastian diperluas adalah selang kepercayaan 95% (k=2) dan selang kepercayaan 99% (k=3).

$$\mu = \mu C Fe \times k$$

$$\mu = 3,98 \times 2$$

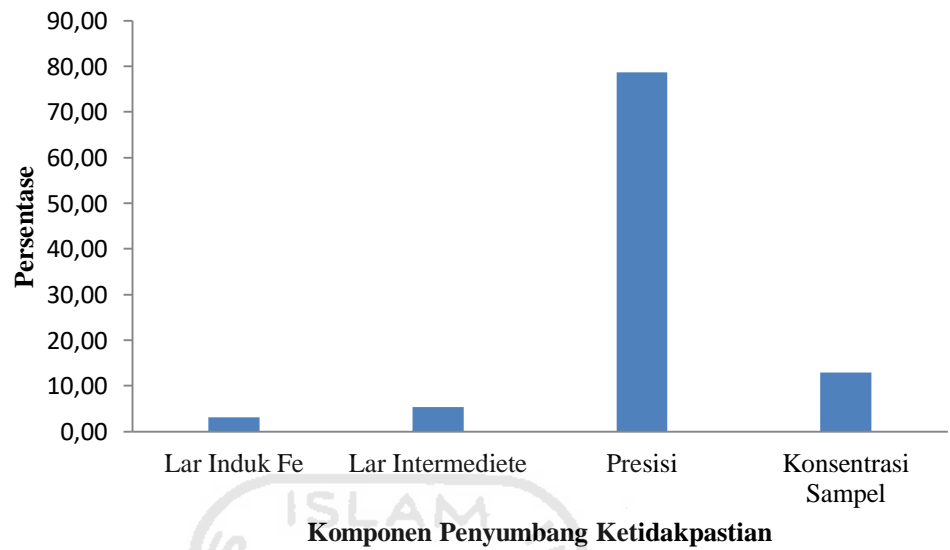
$$\mu = 7,96 \frac{mg}{kg}$$

Nilai ketidakpastian gandingan yang didapatkan adalah 7,96 mg/kg, sehingga dapat dilaporkan bahwa hasil pengujian adalah $76,90 \pm 7,96$ mg/kg. Nilai ketidakpastian tersebut menunjukkan hasil pengujian berada antara 68,94 sampai 84,86 mg/kg.

Setelah menghitung ketidakpastian diperluas, dihitung pula kontribusi penyumbang ketidakpastian masing-masing komponen. Berikut adalah %kontribusi penyumbang masing-masing komponen.

Tabel 4.6 Kontribusi Penyumbang Ketidakpastian

Sumber	X	Satuan	μX	$\mu X/x$	% Kontribusi
Lar Induk Fe	1000	mg/L	2	2×10^{-3}	3.09
Lar Intermediete	100	mg/L	0,34	3.4×10^{-3}	5.26
Presisi Konsentrasi	1		0,0509	5.1×10^{-2}	78.75
Sampel	76,90	mg/kg	0,641	8.3×10^{-3} 6.5×10^{-2}	12.90



Gambar 4.4 Kontribusi Penyumbang Ketidakpastian

Berdasarkan gambar 4.4 dapat disimpulkan bahwa penyumbang ketidakpastian terbesar adalah presisi atau pengulangan yaitu 78,75%.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis yang dilakukan, dapat disimpulkan bahwa

1. Hasil analisis kadar besi total dalam tepung terigu rata-rata adalah 76,90 mg/kg dengan ketidakpastian $\pm 7,96$ mg/kg. Hasil tersebut memenuhi baku mutu yang ditetapkan SNI 01-3751:2009 yaitu minimal 50 mg/kg.
2. Hasil pengendalian mutu pengujian besi total dalam tepung terigu di PT. Sucofindo SBU Laboratorium yaitu linearitas 0,997; uji homogenitas menunjukkan hasil yang homogen; hasil uji presisi menunjukkan hasil pengujian presisi, %RSD yang didapatkan 5,09% sedangkan $2/3 CV_{\text{Horwitz}}$ 5,55%; LoD dan LoQ berturut-turut 1,68 mg/L dan 5,59 mg/L; batas peringatan atas dan bawah didapatkan berturut-turut 80,69 mg/kg, 73,11 mg/kg;

5.2 Saran

1. Perlu penambahan parameter pengendalian mutu seperti akurasi untuk meyakinkan bahwa hasil analisis akurat.
2. Diperlukan pengujian berkala untuk menentukan stabilitas bahan dengan grafik *control chart*.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. A. (2015). Aplikasi Peta Kendali Statistik dalam Mengontrol Hasil Produksi Suatu Perusahaan. *Jurnal Saintifik Vol.1*, 6.
- Adriani, M., & Wiratmadi, B. (2012). *Peranan Gizi dan Siklus Kehidupan*. Jakarta: Prenada Media Group.
- Almatsier, S. (2003). *Prinsip Dasar Ilmu Gizi*. Jakarta: PT Gramedia Pustaka Utama.
- APTINDO (Asosiasi Produsen Tepung Terigu Indonesia). 2013. *Industri Terigu Nasional*. Jakarta: APTINDO.
- Basset, J., Denney, R. C., Jeffrey, G. H., & Mendhom. (1994). *Buku Ajar Vogel Kimia Analisa Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: EGC.
- Cahyady. Bobby, 2009, “*Studi Tentang Kesensitifan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Teknik Hydride Vapour Generation Accessories (VHGA) dibandingkan dengan SSA Nyala pada Unsur Arsen (As) yang terdapat dalam Air Minum*, Kimia, Sekolah Pascasarjana, Universitas Sumatera Utara, Medan.
- Dianawati, N., & Sugiarso, R.D., 2015, Penentuan Kadar Besi Selama Fase Pematangan Padi Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis, *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Vol 4, No. 2, 1-2
- Djunaidi, M. C. (2018). *Studi Interferensi pada AAS*. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Hadi, A. 2007. *Pemahaman dan Penerapan ISO/IEC 17025:2005*. PT Gramedia Pustaka Utama. Jakarta.
- Hadi, A. (2019). *Ketidakpastian Pengujian*. Bogor: IPB Press.
- Hadi, A., & Asiah. (2018). *Statistik Pengendalian Mutu Internal*. Bogor: IPB Press.
- Herjanto, E. (2015). *Manajemen Operasi Edisi Ketiga*. Jakarta: Grasindo.
- Khopkar, S. M. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Kristianingrum, S. (2012). *Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.

- Kusumaningtyas, D. I., Sumarno, D., & Purnama, P. (2016). Estimasi Ketidakpastian Pengukuran dalam Metode Penentuan Fosfat (P-PO₄) secara Spektrofotometri. *Buletin Teknik Litkayasa*, Vol 14 1-4.
- Mandriawati. (2008). *Asuhan Kebidanan Ibu Hamil*. Jakarta: ECG.
- Naufal, S. N., Multaningsih, S., & Trianingsih, S. (2005). Anemia Defisiensi Besi: Bioavailabilitas Zat Besi. *Medika-Fakultas Kedokteran UGM*, 1-5.
- Nurbadriyah, W. D. (2019). *Anemia Defisiensi Besi*. Yogyakarta: Deepublisher.
- Pranomo. A, 2014, *Buku Ajar Ilmu Penyakit Dalam Edisi 6*, Jakarta; Interna Publishing.
- Praptomo. A.J., 2018, *Pengendalian Mutu Laboratorium Medis*. Yogyakarta; Deepublisher
- Riyanto. (2014). *Validasi dan Verifikasi Metode Uji*. Yogyakarta: CV Budi Utama.
- Riyanto. (2019). *Validasi dan Verifikasi Metode: Sesuai dengan ISO/IEC 17025*. Yogyakarta: CV Budi Utama.
- Riyanto. (2019). *Validasi dan Verifikasi Metode*. Yogyakarta: CV Budi Utama.
- Rohman, A. (2014). *Metode Analisis Kimia*. Yogyakarta: UGM Press.
- Sucofindo. (2018). Retrieved Juni 20, 2020, from [sucofindo.co.id](https://www.sucofindo.co.id): <https://www.sucofindo.co.id/id/sejarah-singkat-sucofindo>
- Sudiarta, I., Ratnayani, O., & Veliyana, A. (2019). Analisis Kadar Logam Besi dalam Susu Bubuk Formula Kehamilan Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Media Sains*, 2-5.
- Suherman, R. (2011). *Uji Kadar Logam Pb, Cd, dan Fe pada Air Situ Cileduk Pamulang*. Jakarta: UIN Syarif Hidayatullah.
- Sumarno, D., & Kusumaningtyas, D. I. (2018). Penentuan Limit Deteksi dan Limit Kuantisasi Untuk Logam Timbal (Pb) dalam Air Tawar Menggunakan Alat Spektrofotometer Serapan Atom. *Buletin Teknik Litkayasa*, 1-2.
- Supardi. (2013). *Aplikasi Statistika dalam Penelitian Konsep Statistika yang Lebih Konperhensif*. Jakarta: Change Publication.

Suryana, N. (2001). *Teori Instrumentasi dan Teknik Analisa dengan Spektrofotometer Serapan Atom*. Jakarta: Pusat Pengujian Mutu Barang.



LAMPIRAN 1
Pembuatan Deret Standar

Pembuatan Larutan Standar 100 mg/L dari 1000 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 1000 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 100 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Pembuatan Larutan Standar 25 mg/L dari 100 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 25 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 25 \text{ mL}$$

Pembuatan Larutan Standar 20 mg/L dari 100 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 20 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 20 \text{ mL}$$

Pembuatan Larutan Standar 10 mg/L dari 100 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 10 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Pembuatan Larutan Standar 5 mg/L dari 100 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 5 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

Pembuatan Larutan Standar 2 mg/L dari 100 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 2 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

Pembuatan Larutan Standar 1 mg/L dari 10 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 10 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 1 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Pembuatan Larutan Standar 0,5 mg/L dari 10 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

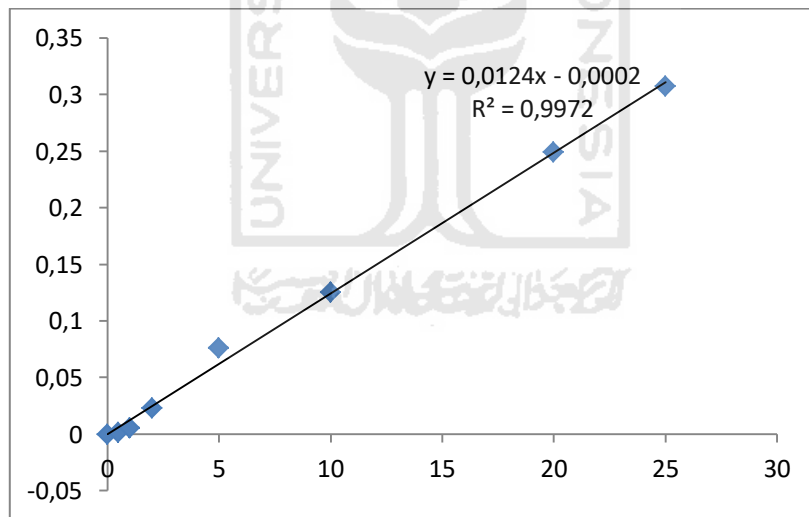
$$V_1 \times 10 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 0,5 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$



LAMPIRAN 2
Linearitas

Konsentrasi Standar (mg/L)	Absorbansi
0	0
0.5	0.0014
1	0.0057
2	0.0228
5	0.0763
10	0.1255
20	0.2491
25	0.3072



LAMPIRAN 3
Pengujian Fe

Sampel	Bobot Spl	Absorbansi	Kadar Fe (mg/L)	Kadar Fe (mg/kg)	Rata-rata
3	5.0004	0.0498	4.0323	80.64	79.75
	5.0001	0.0487	3.9435	78.87	
4	5.0001	0.0467	3.7823	75.64	77.73
	5.0008	0.0493	3.9919	79.83	
5	5.0001	0.0441	3.5726	71.45	79.68
	5.0001	0.0543	4.3952	87.90	
8	5.0000	0.0461	3.7339	74.68	75.32
	5.0002	0.0469	3.7984	75.96	
9	5.0001	0.0467	3.7823	75.64	75.96
	5.0007	0.0471	3.8145	76.28	
13	5.0000	0.0466	3.7742	75.48	75.40
	5.0002	0.0465	3.7661	75.32	
15	5.0000	0.0443	3.5887	71.77	75.81
	5.0001	0.0493	3.9919	79.84	
18	5.0004	0.0469	3.7984	75.96	75.56
	5.0007	0.0464	3.7581	75.15	

Perhitungan:

$$Kadar\ Fe\left(\frac{mg}{kg}\right) = \frac{\left(\frac{y - b}{a}\left(\frac{mg}{L}\right)\right) \times V\ labu\ (L) \times fp}{massa\ sampel\ (kg)}$$

LAMPIRAN 4
Uji Homogenitas

Kode Sampel	Kadar Fe (mg/kg)		(a+b)	[(a+b)- \bar{x}] ²	a-b	[(a-b)- \bar{x}] ²
	a	b				
3	80.64	78.87	159.51	32.55	1.7693	27.60
4	75.64	79.83	155.47	2.78	-4.1823	0.49
5	71.45	87.90	159.35	30.79	-16.4513	168.14
8	74.68	75.96	150.64	9.99	-1.2873	4.83
9	75.64	76.28	151.92	3.53	-0.6360	8.11
13	75.48	75.32	150.80	9.00	0.1643	13.31
15	71.77	79.84	151.61	4.80	-8.0629	20.96
18	75.96	75.15	151.11	7.24	0.8109	18.45
Rata-rata			153.80		-3.4844	
Jumlah				100.68		261.89
MSB	7.191					
MSW	16.368					
F Hitung	0.439					
F Tabel	4.600					
Hasil	0.439 < 4.60					
Keberterimaan	F Hitung < F Tabel					
Kesimpulan	Homogen					

Perhitungan:

$$MSB = \frac{\Sigma[(a + b) - \bar{x}_{(a+b)}]^2}{2 \times (n - 1)}$$

$$MSB = \frac{100,68}{2 \times (8 - 1)}$$

$$MSB = 7,191$$

$$MSW = \frac{\Sigma[(a + b) - \bar{x}_{(a+b)}]^2}{2n}$$

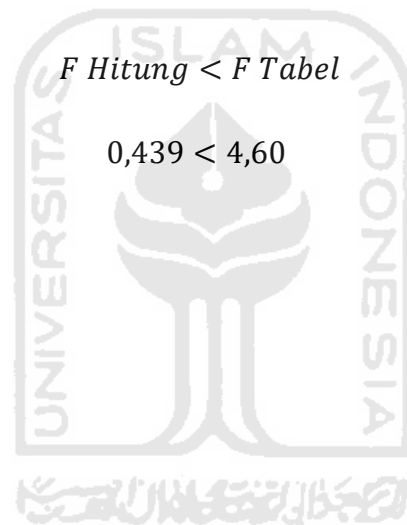
$$MSW = \frac{261,89}{2 \times 8}$$

$$MSW = 16,368$$

$$F \text{ hitung} = \frac{MSB}{MSW}$$

$$F \text{ hitung} = \frac{7,191}{16,368}$$

$$F \text{ hitung} = 0,439$$



LAMPIRAN 5
Uji Presisi

Kode Sampel	Kadar Fe (mg/kg)
3	80,64
	78,87
4	75,64
	79,83
5	71,45
	87,90
8	74,68
	75,96
9	75,64
	76,28
13	75,48
	75,32
15	71,77
	79,84
18	75,96
	75,15
Rata-rata	76,90
SD	3,91

$$RSD = \frac{sd}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$RSD = \frac{3,91}{76,90} \times 100\%$$

$$RSD = 5,09\%$$

$$\% CV_{Horwitz} = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

$$\% CV_{Horwitz} = 2^{(1-0,5 \log 76,90 \times 10^{-6})}$$

$$\% CV_{Horwitz} = 2^{3,0570}$$

$$\% CV_{Horwitz} = 8,3224$$

$$2/3 CV_{Horwitz} = 5,5483$$

LAMPIRAN 6
Penentuan LoD dan LoQ

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (Y)	Yi	Y-Yi	(Yi-Y)^2
0	0	0,0002	0,0002	4,00×10 ⁻⁸
0,5	0,0014	0,006	-0,0046	2,12×10 ⁻⁵
1	0,0057	0,0122	-0,0065	4,23×10 ⁻⁵
2	0,0228	0,0246	-0,0018	3,24×10 ⁻⁶
5	0,0763	0,0618	0,0145	2,10×10 ⁻⁴
10	0,1255	0,1238	0,0017	2,89×10 ⁻⁶
20	0,2491	0,2478	0,0013	1,69×10 ⁻⁶
25	0,3072	0,3098	-0,0026	6,76×10 ⁻⁶
		Jumlah		2,88×10 ⁻⁴
		S y/x		6,93×10 ⁻³
		LOD		1,6770
		LOQ		5,5900

Rumus perhitungan:

$$LoD = 3 \times \frac{S y/x}{slope}$$

$$LoQ = 10 \times \frac{S y/x}{slope}$$

LAMPIRAN 7
Pembuatan Control Chart



Kode Sampel	a	b	Rata-rata
3	80.64	78.87	79.75
4	75.64	79.83	77.73
5	71.45	87.90	79.68
8	74.68	75.96	75.32
9	75.64	76.28	75.96
13	75.48	75.32	75.40
15	71.77	79.84	75.81
18	75.96	75.15	75.56
Rata-rata			76,90
SD	1,90		
UCL	82,59		
UWL	80,69		
LCL	71,21		
LWL	73,11		

Perhitungan:

Upper Control Limit (UCL)

$$\begin{aligned}UCL &= \bar{X} + 3.SD \\ &= 76,90 + (3 \times 1,90) \\ &= 82,59\end{aligned}$$

Upper Warning Limit (UWL)

$$\begin{aligned}UCL &= \bar{X} + 2.SD \\ &= 76,90 + (2 \times 1,90) \\ &= 80,69\end{aligned}$$

Lower Control Limit (LCL)

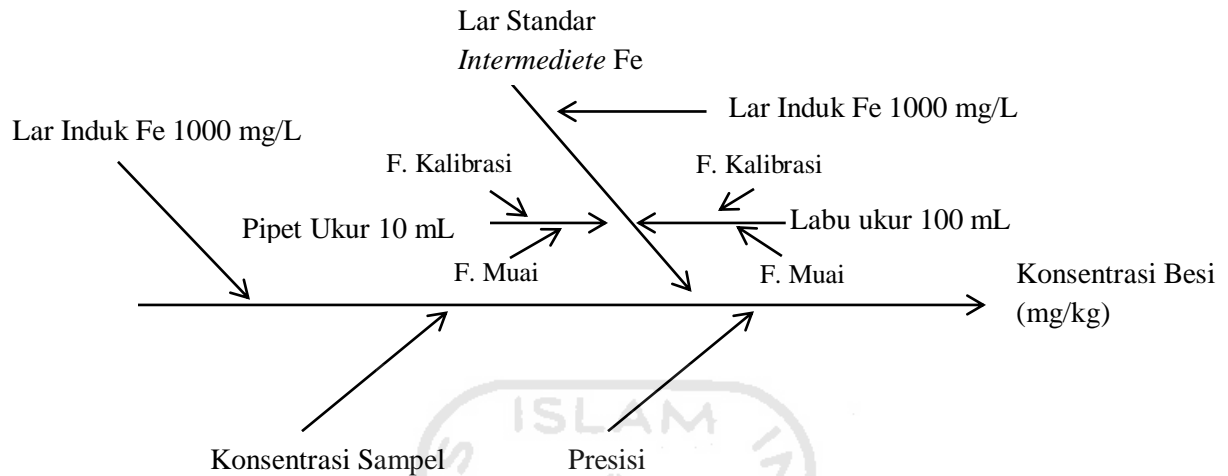
$$\begin{aligned}LCL &= \bar{X} - 3.SD \\ &= 76,90 - (3 \times 1,90) \\ &= 71,21\end{aligned}$$

Lower Warning Limit (LWL)

$$\begin{aligned}LCL &= \bar{X} - 2.SD \\ &= 76,90 - (2 \times 1,90) \\ &= 73,11\end{aligned}$$



LAMPIRAN 8
Ketidakpastian Pengukuran



1. Ketidakpastian Larutan Induk Fe 1000 mg/L

$$\mu = \frac{s}{k}$$

$$\mu = \frac{4,0}{2}$$

$$\mu = 2 \text{ mg/L}$$

2. Ketidakpastian Asal Larutan Standar Besi 100 mg/L

- Pipet ukur 10 mL

$$\mu \text{ kalibrasi} = \frac{s}{k}$$

$$= \frac{0,070}{2,04}$$

$$= 0,0343$$

$$\mu \text{ faktor muai} = \frac{V \times \Delta T \times \alpha}{k}$$

$$= \frac{10 \times (25 - 22)^{\circ}\text{C} \times 0,00021}{2,04}$$

$$= 0,0031$$

$$\begin{aligned}\mu G &= \sqrt{(\mu kal)^2 + (\mu FM)^2} \\ &= \sqrt{(0,0343)^2 + (0,0031)^2} \\ &= 0,0344\end{aligned}$$

- Labu ukur 100 mL

$$\begin{aligned}\mu kalibrasi &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,15}{2,01} \\ &= 0,0746\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu faktor muai &= \frac{V \times \Delta T \times \alpha}{k} \\ &= \frac{100 \times (25 - 24,8)^{\circ C} \times 0,00021}{2,01} \\ &= 0,0021\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu G &= \sqrt{(\mu kal)^2 + (\mu FM)^2} \\ &= \sqrt{(0,0746)^2 + (0,0021)^2} \\ &= 0,0746\end{aligned}$$

- Ketidakpastian Baku

$$\begin{aligned}\frac{\mu C}{C} &= \sqrt{\left(\frac{\mu Lar Induk}{C Lar Induk}\right)^2 + \left(\frac{\mu pipet ukur}{V pipet ukur}\right)^2 + \left(\frac{\mu labu ukur}{V labu ukur}\right)^2} \\ \frac{\mu C}{100 \frac{mg}{L}} &= \sqrt{\left(\frac{2}{1000}\right)^2 + \left(\frac{0,0344}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,0746}{100}\right)^2} \\ &= 0,0034 \times 100 \\ &= 0,34 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

3. Ketidakpastian Asal Presisi

$$\begin{aligned} \mu R &= \frac{RSD}{100} \\ &= \frac{5,09}{100} \\ &= 0,0509 \end{aligned}$$

4. Ketidakpastian Asal Konsentrasi Sampel

X	Y	(xi- \bar{x})	(xi- \bar{x}) ²
0	0	-7.94	63.00
0.5	0.0014	-7.44	55.32
1	0.0057	-6.94	48.13
2	0.0228	-5.94	35.25
5	0.0763	-2.94	8.63
10	0.1255	2.06	4.25
20	0.2491	12.06	145.50
25	0.3072	17.06	291.13
$\bar{x} = 7.9375$			$\Sigma = 651.22$

$$\mu x = \frac{sy/x}{slope} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(\bar{y}_{spl} - \bar{y}_{std})^2}{slope^2 \times \Sigma(Xi - X)^2}}$$

$$\mu x = \frac{0,0069}{0,0124} \sqrt{\frac{1}{1} + \frac{1}{8} + \frac{(0,0475 - 0,0985)^2}{0,0124^2 \times 651,22}}$$

$$\mu x = 0,5565 \sqrt{1 + 0,125 + \frac{0,0026}{0,1001}}$$

$$\mu x = 0,6410$$

Ketidakpastian Gabungan

$$\frac{\mu X}{X Fe} = \sqrt{\left(\frac{\mu A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\mu B}{B}\right)^2 + \left(\frac{\mu C}{BC}\right)^2 + \left(\frac{\mu_n}{n}\right)^2}$$

$$\frac{\mu C}{76,90} = \sqrt{\left(\frac{2 \text{ mg/L}}{1000 \text{ mg/L}}\right)^2 + \left(\frac{0,34 \text{ mg/L}}{100 \text{ mg/L}}\right)^2 + \left(\frac{0,0509}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,6410}{76,90}\right)^2}$$

$$\frac{\mu C}{76,90} = \sqrt{(0,002)^2 + (0,0034)^2 + (0,0509)^2 + (0,0085)^2}$$

$$\frac{\mu C}{76,90} = \sqrt{0,0027}$$

$$\frac{\mu C}{76,90} = 0,0518$$

$$\mu C = 0,0518 \times 76,90$$

$$\mu C = 3,98$$

Ketidakpastian Diperluas

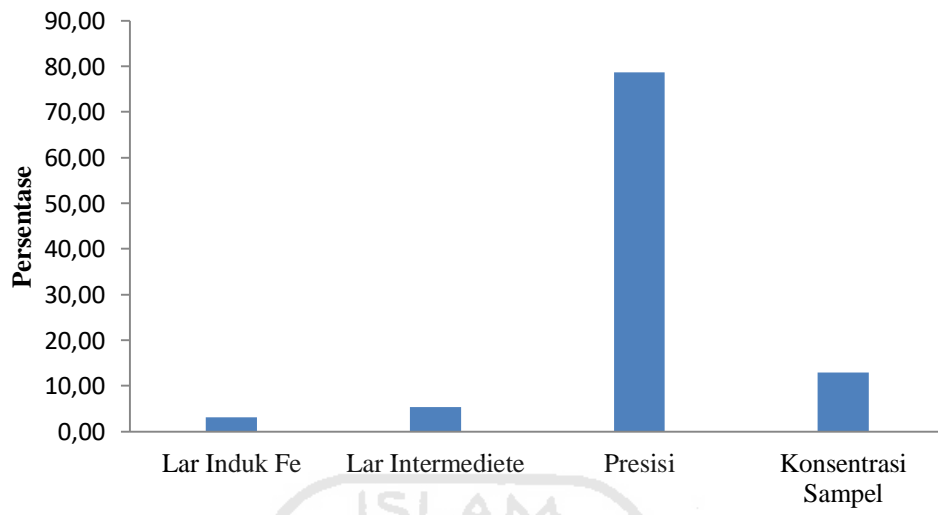
$$\mu = \mu C Fe \times k$$

$$\mu = 3,98 \times 2$$

$$\mu = 7,96 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}$$

Kontribusi Penyumbang Ketidakpastian Masing-masing Komponen

Sumber	X	Satuan	μX	$\mu X/x$	% Kontribusi
Lar Induk Fe	1000	mg/L	2	2×10^{-3}	3.09
Lar Intermediete	100	mg/L	0,34	3.4×10^{-3}	5.26
Presisi	1		0,0509	5.1×10^{-2}	78.75
Konsentrasi					
Sampel	76,90	mg/kg	0,641	8.3×10^{-3}	12.90
				6.5×10^{-2}	



Komponen Penyumbang Ketidakpastian



Certificate No. : Cal. 4 9 3 2 0 1 9
Date : Mei 24, 2019

Issuing Office :
Phone/Facs : +62 21 86321176/88321166
Jl Arteri Tol Cibitung No.1, Cibitung Bekasi 17520, Indonesia
Email : jumcbit@sucofindo.co.id

CERTIFICATE OF CALIBRATION

NT
RESS
E OF E/
AL NO.
S/MOI
CITY
IFAC
tachr
brat
nd
fic
uc

TESTING CONDITION,
- TEMPERATURE
- HUMIDITY
STANDARD & EQUIPMENT

22 ± 0.4 °C
43 ± 3-%

ANALYTICAL BALANCE
Serial No. 0801433
Certificate of Calibration No. Cal. 0022019
DIGITAL BAROMETER
Serial No. KAL - 1
Certificate of Calibration No. S. 1800094
DIGITAL THERMOMETER
Serial No. 16050124
Certificate of Calibration No. Cal. 5142018
DIGITAL THERMOHYGROMETER
Serial No. KAL-1
Certificate of Calibration No. Cal. 0862019

The measurement is traceable to International System of Units (SI) through P2M-LIPI

CALIBRATION METHOD
RECEIVED ON
DATE OF CALIBRATION

PONVOL/02-1
May 17, 2019
May 22, 2019

RESULTS :

PIPET VOLUMETRIC Serial / Code No. : 17.02
CAPACITY / DIVISION mL : 10 / -

CAPACITY	Nominal	Volume in 20 °C	Uncertainty of measurement (at 95 % CL, k= 2.04)
mL	mL	mL	mL
10	10	10,0294	0,070

17

PT SUPERINTENDING COMPANY OF INDONESIA

Certificate No. : Cal. 0492017
Date : January 27, 2017

Issuing Office :
Phone/Facs: +62 21 88321176/88321166
Jl. Arteri Tol Cibitung No.1, Cibitung Bekasi 17520, Indonesia
Email: jumcbt@sucofindo.co.id

CERTIFICATE OF CALIBRATION

TESTING CONDITION,
- TEMPERATURE
- HUMIDITY
STANDARD & EQUIPMENT

: $24,8 \pm 0,3$ °C
: 56 ± 1 %
: ANALYTICAL BALANCE
Serial No. 1116492982
Certificate of Calibration No. Cal. 0422017
: DIGITAL BAROMETER
Serial No. 26082-152
Certificate of Calibration S. 15 00 250
: DIGITAL THERMOHYGROMETER
Serial No. 017/LAB-IV/KAL/2016
Certificate of Calibration Cal. 16 00 163

The measurement is traceable to International System of Units (SI) through P2M-LIPI

CALIBRATION METHOD
RECEIVED ON
DATE OF CALIBRATION
RESULTS :

: POMVOL/04
: January 18, 2017
: January 18, 2017

LABU UKUR Serial / Code No. : 00087-2
CAPACITY / DIVISION mL

: 0 ~ 100 / 1

Capacity mL	Nominal mL	Volume in 20 °C mL	Uncertainty of measurement (at 95 % CL, k= 2,01) ± mL
0 ~ 100	100	99,8762	0,15

MM

Certificate of Analysis

Certipur® Certified Reference Material

Producer: Merck KGaA, Frankfurter Str. 250, 64293 Darmstadt, Germany.
Accreditation: Merck KGaA, Darmstadt, Germany is accredited as calibration Laboratory according to DIN EN ISO/IEC 17025.

Description of CRM: Iron standard solution 1000 mg/l Fe

Ord. No.: 1.19781.0100

Lot No.: HC85874281

Composition: Fe(NO₃)₃ in HNO₃ Suprapur® 0.3 mol/l

Certified value and uncertainty: 983 mg/kg Fe ± 4 mg/kg Fe

Mass fraction (w/w) ± expanded measurement uncertainty
The expanded measurement uncertainty U is calculated as $U = k \cdot U_{\text{characterisation}}$, where $k = 2$ is the coverage factor for a 95% coverage probability and $U_{\text{characterisation}}$ is the combined measurement uncertainty in accordance to DIN EN ISO/IEC 17025.

Density: The density of the standard solution is 1.0147 g/cm³ at 20°C.
Calculated mass concentration: 997 mg/l Fe

Method of Analysis: Inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)

Traceability: This reference material has been measured applying high precision ICP-OES and is directly traceable to the corresponding NIST SRM® 3126a, lot 140812.
NIST: National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, USA

Storage: Store at +15°C to +25°C tightly closed in the original container.

Application and correct use: This reference material is intended for use as calibration standard for atomic absorption spectrometry, spectrophotometry and other analytical techniques. Shake well before use and never pipet directly from the original container.

Date of release: 2018/08/05
Minimum shelf life: 2021/04/30

A. Yildirim
Dipl.-Ing. Ayfer Yildirim
(Laboratory Manager)

Merck KGaA · Frankfurter Straße 250, 64293 Darmstadt, Germany: +49 6151 72-0
EMD Millipore Corp. · 290 Concord Road, Billerica, MA 01821, USA: +1-781-533-8000

