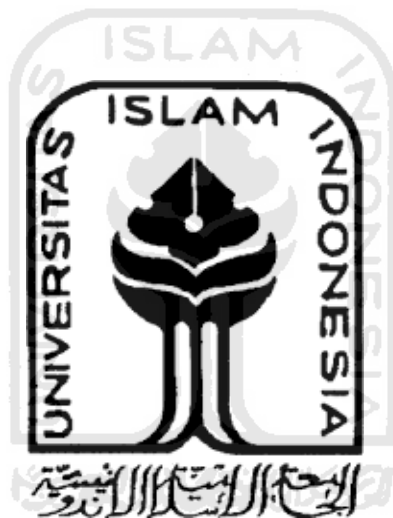


**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VALIDASI METODE PENENTUAN ASAM LEMAK BEBAS  
(ALB) PADA *CRUDE PALM OIL* (CPO) MENGGUNAKAN  
AUTOTITRATOR DI BALAI LABORATORIUM BEA DAN  
CUKAI KELAS 1 JAKARTA**

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



**Disusun oleh :**

**Mutia Suciningsih  
NIM : 17231031**

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

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VALIDASI PENENTUAN ASAM LEMAK BEBAS (ALB) PADA  
CRUDE PALM OIL (CPO) MENGGUNAKAN  
AUTOTITRATOR DI BALAI LABORATORIUM BEA DAN  
CUKAI KELAS 1 JAKARTA**

***METHOD VALIDATION OF DETERMINING FREE FATTY  
ACID (FFA) ON CRUDE PALM OIL (CPO) USING  
AUTOTITRATOR AT BALAI LABORATORIUM BEA DAN  
CUKAI KELAS 1 JAKARTA***



**Disusun oleh :**

**Mutia Suciningsih  
NIM : 17231031**

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

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VALIDASI PENENTUAN ASAM LEMAK BEBAS (ALB) PADA  
CRUDE PALM OIL (CPO) MENGGUNAKAN  
AUTOTITRATOR DI BALAI LABORATORIUM BEA DAN  
CUKAI KELAS 1 JAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh :

**Mutia Suciningsih**

**NIM : 17231031**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir  
Program Studi D III Analisis Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia  
Pada tanggal 09 Juli 2020

**Menyetujui,**

**Ketua Program Studi**

**Pembimbing**



**Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si**  
**NIK. 132311102**



**Dr. Tatang Shabur Julianto, S.Si., M.Si**  
**NIK. 016120102**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VALIDASI PENENTUAN ASAM LEMAK BEBAS (ALB) PADA  
CRUDE PALM OIL (CPO) MENGGUNAKAN  
AUTOTITRATOR DI BALAI LABORATORIUM BEA DAN  
CUKAI KELAS 1 JAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh :

**Mutia Suciningsih**

**NIM : 17231031**

Telah dipertahankan di depan Penguji pada tanggal 09 Juli 2020

**Susunan Tim Penguji**

**Pembimbing/ Penguji**



**Dr. Tatang Shabur Julianto, S.Si., M.Si**

**NIK. 016120102**

**Penguji I**



**Thorikal Huda, S.Si., M.Sc**

**NIK. 052316003**

**Penguji II**



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

**NIK. 006120101**

**Mengetahui,  
Dekan Fakultas MIPA UII**



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

**NIK. 006120101**

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak pernah terdapat bagian yang pernah digunakan untuk publikasi sebelumnya dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka. Saya memperbolehkan sebagian pengutipan karya ini sebagai materi praktikum setelah penerbitan karya ini.



## MOTTO

“dan bahwasanya seorang manusia tiada memperoleh selain apa yang telah diusahakannya, dan bahwasanya usaha itu kelak akan diperlihatkan (kepadanya). Kemudian akan diberi balasan kepadanya dengan balasan yang paling sempurna, dan bahwasanya kepada Tuhanmulah kesudahan (segala sesuatu)” **(Q.S An-Najm ayat 39-42).**

“Sebaik-baik manusia adalah yang paling bermanfaat bagi manusia”  
**(HR. Ahmad).**

“Terlahir di dunia bukanlah sebuah pilihan, namun menjadi apa di dunia adalah sebuah pilihan” **(Penulis).**

“Tentang porsi. Setiap orang menjalani hidup dengan memiliki porsi dan sesuai perannya masing-masing, jangan saling tunjuk” **(Penulis).**

**“HAKUNA MATATA”**

**“ALL IZ WELL”**

## HALAMAN PERSEMBAHAN

### **Engkau yang menciptakan segalanya**

Alhamdulillah rabbil'alamin, Pertama sujud syukur saya panjatkan kepada Allah SWT karena atas limpahan Rahmat serta Hidayah-Nya yang tak terhingga sehingga saya diberi kesempatan untuk bisa berada ditahap yang tidak semua orang merasakan apa yang telah saya rasakan. Menuntut ilmu di suatu instansi tertentu merupakan hal yang mewah bagi beberapa orang. Oleh karenanya selain bersyukur, saya juga berterimakasih kasih kepada Allah SWT yang telah memberi saya kekuatan dan semangat untuk terus menuntut ilmu. Semoga kedepannya saya dapat mempertanggungjawabkan segala hal yang telah saya peroleh dan menjadi manusia yang bermanfaat untuk sesama dan juga semesta. Kedua, kepada siapa lagi saya dapat berterimakasih, karena-Nya saya telah diberikan kemudahan untuk menyelesaikan laporan akhir yang juga merupakan salah satu karya. Tak henti-hentinya saya memohon dan meminta hanya kepada Allah SWT. Tak lupa pula sholawat serta salam saya kirimkan kepada kekasih-Nya Nabi Muhammad SAW.

### **Kupersembahkan karya sederhana ini kepada keluargaku tercinta**

Karya sederhana ini aku persembahkan khusus untuk keluargaku tercinta, bapak, ibu dan adiku Elsa. Karya ini bisa dianggap sebagai tanda bakti dengan bentuk nyata. Selebihnya mungkin masih banyak tanda bakti yang bisa kuberikan namun tak kasat mata, adalah cinta dan kasih sayang misalnya. Aku sangat bersyukur karena setidaknya aku masih memiliki keluarga yang utuh. Aku bahagia karena memiliki keluarga yang selalu kompak dalam situasi dan kondisi apapun dengan banyaknya masalah yang melanda. Banyak terimakasih kuucapkan kepada keluargaku tercinta yang senantiasa memberiku dukungan dengan apapun yang tengah aku perjuangkan, yang senantiasa memberiku nasehat ketika aku sedang berada di jalan yang salah dan menjadikanku manusia yang lebih baik, yang senantiasa kujadikan motivasi agar aku tetap kuat dan semangat dalam menghadapi rintangan dalam mencapai tujuan. Yang senantiasa menghiburku dikala aku sedih maupun merayakan apa yang membuatku senang. Yang senantiasa mendoakanku agar aku diberi kemudahan saat berproses. Terimakasih atas pengorbanan dan kasih sayang kalian. Terimakasih keluargaku. Terimakasih Ya Allah Engkau telah mengirimkan malaikat tak bersayap dalam hidupku.

### **Kepada teman seperjuangan**

Selama proses penyusunan laporan akhir ini saya belajar banyak hal bahwa proses dan perjuangan setiap orang berbeda-beda. Setiap orang dalam mencapai kesuksesannya memiliki momentum yang tak bisa dipukul rata. Oleh sebab itu saya sangat berterimakasih kepada teman teman seperjuangan saya, yang tidak hanya berjuang untuk mencapai kelulusan semata, namun seperjuangan berproses dalam hidup untuk menjadi apa yang disebut manusia sesungguhnya. Saya bersyukur masih di bersamai oleh teman teman yang sangat perhatian dan sayang kepada saya meski setiap orang memiliki cara yang berbeda-beda dalam menyampaikan kasih sayang mereka. Teruntuk Olfy, terlalu banyak waktu saat masa kuliah yg kulalui bersamamu. Ayu, terlalu banyak momen penting yang kulalui bersamamu. Titan dan via, terimakasih menjadi tempatku bercerita banyak hal gila. Endita, terimakasih menjadi teman setia tentang keluh kesah asmara. Ghradika, *support system* ku selama ini. Rizal dan Desi adiku tersayang. Teman-teman yang juga keluargaku kedua yaitu Komunitas Bakti Desa yang senantiasa membuatku mengisi waktu luang semasa kuliah menjadi lebih bermanfaat dan berwarna. Teman-teman seperjuangan khususnya analisis kimia angkatan 2017 yang selalu saling menyemangati dan mengingatkan.

### **Kepada para Dosen dan jajaran staff analisis Kimia, dosen pembimbing, pembimbing PKL dan almamaterku**

Terimakasih kepada seluruh dosen dan jaran staff analisis kimia atas kesabaran, keikhlasan, dan dedikasi yang luar biasa dalam dunia pendidikan. Terimakasih telah mengajarkan banyak hal yang tidak melulu soal ilmu yang tertulis dalam buku, namun juga ilmu yang bermanfaat mengenai kehidupan sehingga nantinya wejangan yang telah disampaikan dapat dijadikan patokan saat berada di dunia kerja atau yang biasa disebut dunia yang kejam atau dunia yang sesungguhnya.

Terimakasih kepada dosen pembimbing dan pembimbing saat saya PKL yang memiliki andil yang besar atas keberhasilan penelitian dan penyusunan tugas akhir ini. Terimakasih telah mengajari saya banyak hal, mendampingi serta membimbing saya.

Terimakasih untuk almamaterku Program Studi DIII Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia yang telah banyak memberikan ilmu, wawasan, dan bekal untuk langkah selanjutnya.

### **Kepada keluarga Bea dan Cukai Jakarta**

Terimakasih telah menerima saya selama 2,5 bulan dan berproses bersama mengenai banyak hal. Sekali lagi terimakasih atas semua ilmu dan kenangan indahny.



## KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaikum warrohmatullahi wabarrakatuhu*

Puji dan syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufik dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhirdengan judul “Validasi Metode Penentuan Asam Lemak Bebas (ALB) pada *Crude Palm Oil* (CPO) menggunakan Autotitrator di Balai Laboratorium Bea dan Cukai Kelas 1 Jakarta” dengan baik dan tepat pada waktunya. Shalawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW beserta keluarga, sahabat dan pengikutnya yang setia pada ajaran agama Islam hingga akhir zaman.

Laporan Tugas Akhir ini merupakan salah satu syarat untuk menyelesaikan program pendidikan derajat Ahli Madya *Science* (A.Md.Si) pada Program Studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta. Selama proses penyusunan laporan ini penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan Laporan Akhir ini sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikannya. Penulis pada kesempatan ini mengucapkan terimakasih yang sedalam-dalamnya kepada Yth :

1. Prof Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si., selaku Ketua Program Studi Analisis Kimia Matematika Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.
3. Dosen pembimbing bapak Dr. Tatang Shabur Julianto, S.Si., M.Si dan pembimbing penelitian di Balai Laboratorium Bea dan Cukai ibu Dita Ayu Erinawati yang telah memiliki andil besar dalam proses penelitian dan penyelesaian tugas akhir ini, semoga segala bantuan dan bimbingannya dapat mendapat imbalan yang lebih baik disisi-Nya.
4. Kedua orangtua serta keluarga saya yang selalu memberikan *supports* sertamembantu baik moril maupun materi atasapa yang sedang saya perjuangkan.
5. Seluruh analis komoditi I, II, III, IV, dan V serta jajaran staff Balai Laboratorium Bea dan Cukai Kelas 1 Jakarta, khususnya analis program penelitian.
6. Teman-teman dan semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan laporan ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan laporan ini masih banyak kekurangan dan jauh dari kata sempurna, baik dari segi penyusunan, bahasa ataupun penulisannya. Oleh karena itu, penulis sangat terbuka terhadap kritik serta saran yang sifatnya membangun dari semua pihak, guna menjadi acuan dalam bekal pengalaman bagi penulis untuk lebih baik di masa yang akan datang.

*Wassalamu 'alaikum warrahmatullahi wabarakatuhu.*

Klaten, 02 April 2019

Penulis



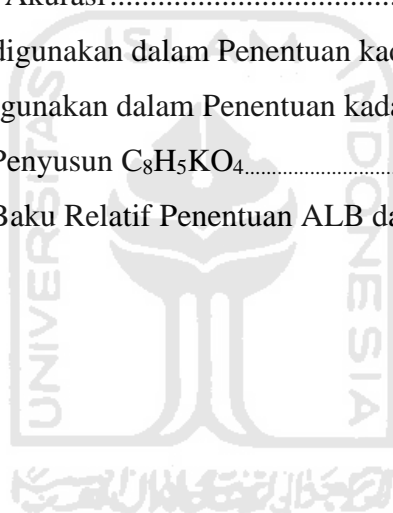
## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
PERNYATAAN.....	iv
MOTTO .....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vi
KATA PENGANTAR .....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
INTISARI.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
Latar Belakang .....	1
Rumusan Masalah .....	3
Tujuan .....	3
Manfaat .....	3
Bagi Peneliti.....	3
Bagi Intansi .....	3
Bagi Umum.....	4
BAB II DASAR TEORI .....	1
Profil Instansi .....	5
<i>Crude Palm Oil</i> (CPO) .....	8
Asam Lemak Bebas (ALB).....	10
Pengertian Asam Lemak Bebas (ALB) .....	10
Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (ALB).....	11
Autotitrator.....	13
Validasi Metode .....	14
Akurasi ( <i>Accuracy</i> ) .....	15
Presisi.....	16
Estimasi Ketidakpastian.....	17

BAB III METODOLOGI.....	19
Alat	19
Bahan	19
Prosedur Kerja.....	19
Pembuatan Larutan NaOH 0,1 N.....	19
Pembuatan Larutan Etanol Netral.....	19
Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (ALB).....	20
Penentuan Presisi.....	21
Penentuan Akurasi.....	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	22
4.1. Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (ALB).....	22
Penentuan Presisi.....	23
Penentuan Akurasi.....	25
4.4. Estimasi Ketidakpastian.....	27
Ketidakpastian Baku.....	29
Ketidakpastian Gabungan.....	34
Ketidakpastian Diperluas.....	35
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	37
Kesimpulan.....	37
Saran	37
DAFTAR PUSTAKA.....	38

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komponen Penyusun Minyak Sawit.....	9
Tabel 2.2 Komponen Asam Lemak Bebas Minyak Sawit .....	9
Tabel 2.3 Sifat Kimia Minyak Sawit.....	10
Tabel 2.4 Sifat Fisika Minyak Sawit.....	10
Tabel 4.1 Nilai Asam Lemak Bebas (ALB) dalam CPO .....	22
Tabel 4.2 Hasil Presisi untuk Repeatabilitas .....	23
Tabel 4.3 Hasil Presisi untuk Reprodusibilitas .....	24
Tabel 4.4 Hasil Uji Banding Penentuan Kadar ALB .....	26
Tabel 4.5 Hasil Penentuan Akurasi .....	26
Tabel 4.6 Data Alat yang digunakan dalam Penentuan kadar ALB dalam CPO...29	
Tabel 4.7 Formula yang digunakan dalam Penentuan kadar ALB dalam CPO.....29	
Tabel 4.8 Ketidakpastian Penyusun $C_8H_5KO_4$ .....	32
Tabel 4.9 Ketidakpastian Baku Relatif Penentuan ALB dalam CPO .....	35



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Grafik Produksi Kelapa Sawit dari Tahun 2015-2019 .....	1
Gambar 2.1	Struktur Organisasi Balai Laboratorium Bea dan Cukai .....	6
Gambar 2.2	Reaksi Hidrolisis CPO.....	11
Gambar 2.3	Automatic Titrator Mitsubishi GT 200.....	13
Gambar 4.1	Diagram Tulang Ikan pada Standardisasi NaOH .....	28
Gambar 4.2	Diagram Tulang Ikan pada Penentuan Kadar ALB pada CPO .....	28



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Standarisasi NaOH .....	40
Lampiran 2 Penentuan Kadar ALB .....	41
Lampiran 3 Penentuan Presisi .....	43
Lampiran 4 Penentuan Akurasi .....	45
Lampiran 5 Estimasi Ketidakpastian .....	45
Lampiran 6 Sertifikat Neraca Analitik .....	51
Lampiran 7 Sertifikat Oven .....	53
Lampiran 8 Hasil Uji Banding/Profisiensi .....	55



# VALIDASI METODE PENENTUAN ASAM LEMAK BEBAS (ALB) PADA *CRUDE PALM OIL* (CPO) MENGGUNAKAN AUTOTITRATOR DI BALAI LABORATORIUM BEA DAN CUKAI KELAS 1 JAKARTA

Mutia Suciningsih

Program studi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia

Jalan Kaliurang km 14,5 Yogyakarta

55584

Email : 17231031@students.uii.ac.id

## INTISARI

Telah dilakukan validasi metode untuk penetapan kadar Asam Lemak Bebas (ALB) pada sampel *Crude Palm Oil* (CPO) menggunakan *Automatic Titrator* sebagai upaya memenuhi jaminan mutu di Laboratorium Bea dan Cukai Kelas 1 Jakarta. Tujuan dilakukan pengujian yaitu untuk mendapatkan suatu metode penentuan ALB yang lebih efisien dengan melakukan modifikasi alat. Umumnya penentuan ALB dilakukan dengan menggunakan titrasi manual, dengan dilakukan validasi metode menggunakan autotitrator diharapkan dapat mempercepat dan mempermudah pengujian, mengurangi penggunaan bahan kimia tetapi hasil yang diperoleh tetap valid serta dapat dipertanggung jawabkan. Metode pengujian yang digunakan mengacu pada SNI 01-2901-2006 yaitu mengenai *Crude Palm Oil* (CPO) yang memenuhi persyaratan verifikasi meliputi akurasi dalam % *trueness*, presisi dalam *repeatability* dan *reproducibility* dan estimasi ketidakpastian. Validasi metode uji digunakan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja dan mampu menerapkan suatu metode serta dapat menghasilkan data yang valid. Hasil yang diperoleh pada validasi penentuan Asam Lemak Bebas (ALB) adalah valid dan telah memenuhi syarat keberterimaan dengan diperoleh kadar ALB sebesar 5,11% dengan nilai *reference standard* yang ditetapkan berdasarkan hasil uji profisiensi sebesar 5,12%. Metode yang digunakan memiliki tingkat presisi yang sangat tinggi dengan nilai  $\% RSD < \frac{2}{3} CV$  Horwitz,  $\% RSD$  sebesar 0,9879 dan  $\frac{2}{3} CV$  Horwitz sebesar 2,0858. Metode yang digunakan memiliki tingkat akurasi yang tinggi dengan diperoleh nilai presentase *trueness* sebesar 100,09% yang memenuhi rentang keberterimaan yang telah ditetapkan oleh AOAC (2012). Persentase *trueness* diperoleh dengan membandingkan hasil pengukuran yaitu sebesar 5,125% dengan nilai *reference standard* sebesar 5,12%. Penentuan estimasi ketidakpastian dengan ketidakpastian asal yang bersumber dari volume titran standardisasi (V1), bobot KHP (W1), *purity* KHP (P), bobot molekul KHP (M), bobot contoh uji (W2), dan *repeatability* diperoleh nilai ketidakpastian gabungan sebesar 0,07% serta ketidakpastian diperluas sebesar  $5,11 \pm 0,14\%$ .

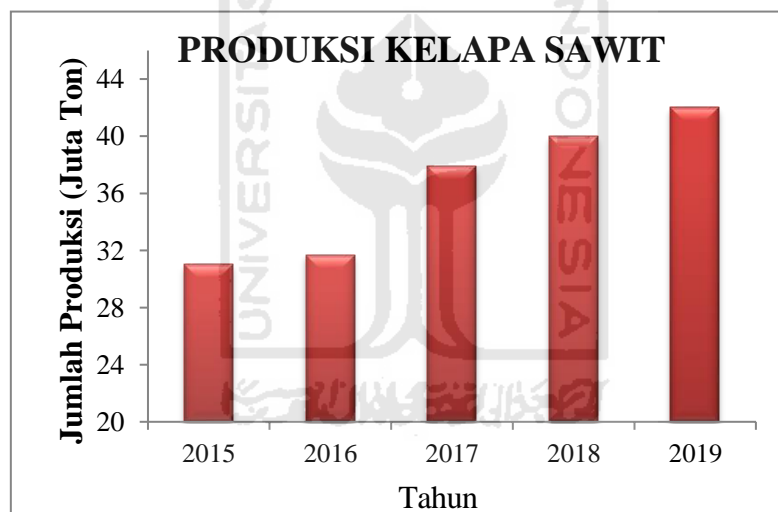
Kata kunci : Validasi metode, Asam Lemak Bebas (ALB), *Crude Palm Oil* (CPO), Autotitrator



## BAB I PENDAHULUAN

### Latar Belakang

Kelapa sawit merupakan tumbuhan tropis yang tergolong dalam *family Palmae* yang berasal dari Afrika Barat (Yan, 2008). Kelapa sawit di Indonesia merupakan komoditas perkebunan yang lebih berkembang dibandingkan dengan komoditas perkebunan lainnya. Tiap tahunnya seperti yang dapat dilihat pada Gambar 1.1, hasil produksi kelapa sawit menunjukkan peningkatan yang signifikan. Tahun 2019, produksi kelapa sawit mencapai 42 juta ton. Tingginya produktifitas kelapa sawit membuat Indonesia memiliki peluang usaha yang lebih besar dalam mengembangkan produk berbahan dasar kelapa sawit.



**Gambar 1.1 Grafik Produksi Kelapa Sawit dari tahun 2015-2019 (Direktorat Perkebunan, 2019)**

*Crude Palm Oil* (CPO) adalah salah satu produk yang dihasilkan dari pengolahan kelapa sawit yang termasuk jenis minyak nabati dan memiliki salah satu ciri berwarna kuning. Menurut Badan Statistik Indonesia (2018) perkembangan CPO saat ini sangat pesat karena telah banyak digunakan dalam berbagai sektor industri, seperti industri pangan yang berupa minyak goreng dan margarin, baja yang berupa bahan pelumas, kosmetik yang berupa sabun, dan juga digunakan sebagai bahan bakar alternatif (minyak diesel). Indonesia, sebagai negara penghasil minyak sawit terbesar di dunia mempunyai potensi yang besar

untuk memasarkan minyak sawit baik di dalam maupun luar negeri (*Country*, 2019). Tingginya permintaan masyarakat akan produk CPO membuat banyak pelaku usaha berlomba-lomba untuk memproduksi CPO yang berkualitas. Salah satu parameter yang digunakan untuk mengetahui kualitas CPO yaitu dilihat dari nilai asam lemak bebas (ALB) atau *Free Fatty Acid* (FFA). Menurut Ilmi, dkk (2015) pengujian FFA berfungsi untuk mengetahui kandungan asam lemak bebas yang terkandung dalam suatu produk. Kadar ALB menunjukkan tingkat kerusakan produk akibat pemecahan trigliserol menjadi gliserol dan asam lemak bebas. Angka asam yang tinggi mengindikasikan bahwa asam lemak bebas yang ada didalam minyak nabati juga tinggi sehingga kualitas minyak justru semakin rendah (Winarno, 2004).

Salah satu upaya pemerintah dalam menjaga kualitas dan mutu produk CPO yang beredar dipasaran yaitu sebagaimana yang telah diatur dalam Peraturan Kementerian Perdagangan Republik Indonesia nomor 54/M-DAG/PER/7/2015 tentang verifikasi atau penelusuran teknis terhadap ekspor kelapa sawit, *Crude Palm Oil* (CPO), dan produk turunannya pasal 2 ayat 1 yang berbunyi “setiap pelaksanaan ekspor kelapa sawit, *Crude Palm Oil* (CPO), dan turunannya wajib terlebih dahulu dilakukan verifikasi atau penelusuran teknis.”

Kualitas CPO dapat diketahui dengan melakukan penelitian terhadap sampel uji menggunakan autotitrator dengan menentukan nilai Asam Lemak Bebas (ALB). Penelitian dilakukan di Balai Laboratorium Bea dan Cukai Kelas 1 Jakarta. Laboratorium tersebut merupakan laboratorium pengujian yang telah berstandar ISO 172025 : 2005, sehingga segala bentuk kegiatan pengujian yang dilakukan harus berada dalam lingkup akreditasi yang dapat memberikan kepercayaan atas kualitas hasil pengujian yang diberikan. Metode pengujian yang digunakan dalam sebuah laboratorium uji harus sudah dievaluasi untuk menjamin bahwa suatu metode yang akan digunakan dapat menghasilkan data yang valid dan bisa dipertanggungjawabkan serta tertelusur sehingga metode tersebut dapat dijadikan analisis rutin dalam sebuah laboratorium uji. Data hasil penelitian yang diberikan harus memiliki ketelitian dan keakuratan yang baik, serta telah memenuhi persyaratan yang telah ditentukan, untuk itu suatu metode harus dilakukan

verifikasi. Metode pengujian yang dilakukan mengacu pada SNI 01-2901-2006, dengan modifikasi pada alat yang digunakan, sehingga validasi dilakukan dengan tujuan untuk melihat apakah metode yang digunakan tersebut telah memenuhi persyaratan yang ada. Parameter validasi yang digunakan yaitu penentuan presisi dalam *repeatability* dan *reproducibility*, akurasi dalam presentase *trueness* dan estimasi ketidakpastian pengukuran.

### **Rumusan Masalah**

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Berapa kadar asam lemak bebas dalam sampel CPO?
2. Bagaimana hasil validasi metode penentuan nilai asam lemak bebas dalam sampel CPO menggunakan autotitrator dengan parameter presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian?

### **Tujuan**

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Menentukan nilai asam lemak bebas dalam sampel CPO menggunakan autotitrator.
2. Mengetahui validasi metode nilai asam lemak bebas dalam sampel CPO menggunakan autotitrator dengan parameter presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian.

### **Manfaat**

#### **Manfaat untuk peneliti**

1. Menambah pengetahuan mengenai pengujian CPO di Balai Laboratorium Bea dan Cukai Kelas 1 Jakarta.
2. Menambah wawasan mengenai peraturan yang berlaku mengenai penentuan tarif pajak CPO berdasarkan hasil pengujian nilai asam lemak bebas.

#### **Manfaat untuk Instansi**

1. Mengevaluasi hasil validasi penentuan asam lemak bebas dalam CPO menggunakan autotitrator.
2. Memberikan informasi mengenai nilai ketidakpastian asam lemak bebas dalam CPO menggunakan Autotitrator.

### **Manfaat untuk Umum**

1. Sebagai sumber bahan referensi yang dapat digunakan untuk pengujian CPO menggunakan Autotitrator.
2. Memberikan informasi data hasil penelitian terhadap validasi penentuan nilai asam lemak bebas dalam CPO menggunakan Autotitrator.



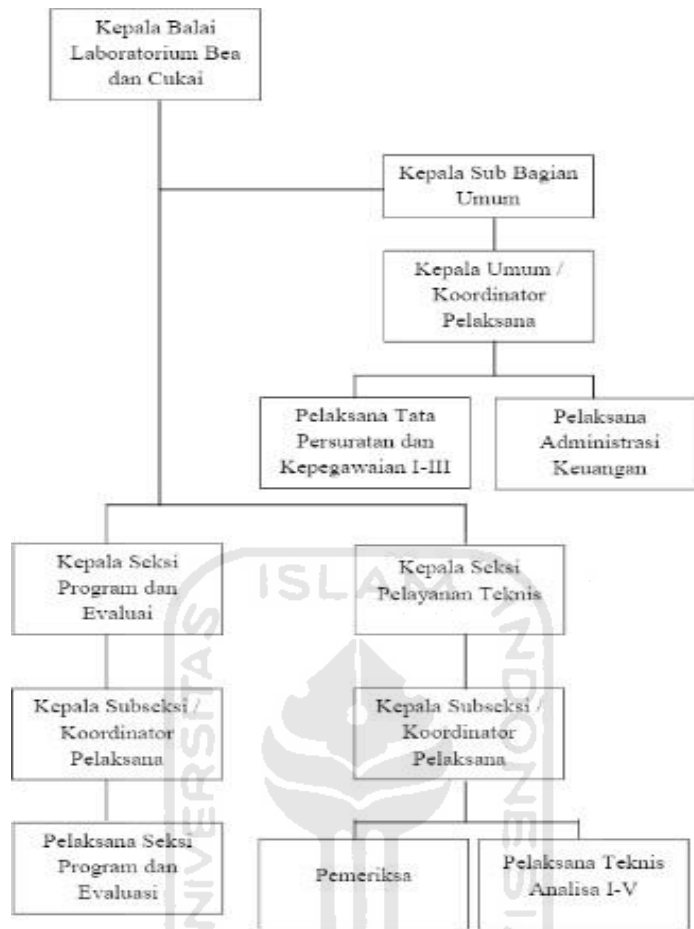
## **BAB II**

### **DASAR TEORI**

#### **Profil Instansi**

Balai Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) Kelas 1 Jakarta berdiri berdasarkan surat Keputusan Menteri Keuangan Republik Indonesia No. 784/KMK.01/1990 pada tahun 1990 yang merupakan unit pelaksana teknis yang bertanggung jawab serta menangani dalam bidang identifikasi dan pengujian barang. Berdasarkan sejarahnya, instansi ini telah mengalami 2 kali pergantian nama. Balai Pengujian dan Identifikasi Barang (BPIB) Tipe A Jakarta merupakan nama pertama instansi sejak didirikan. Selanjutnya pada tahun 2018 berganti menjadi Balai Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) Kelas 1 Jakarta dengan bersamaan dikeluarkannya surat Peraturan Menteri Keuangan No. 84/PMK.01/2018. Berdasarkan struktur organisasinya, menurut Keputusan Menteri Keuangan Republik Indonesia No. 499/KMK.01/2001 pada tanggal 23 Juli 2001 dan Peraturan Menteri Keuangan No. 84/PMK.01/2018 tentang Organisasi dan Tata kerja Balai Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) berada dibawah dan bertanggung jawab kepada Direktorat Jenderal Bea dan Cukai yang secara teknis fungsional berada di bawah Direktur Teknis Kepabean.

Struktur Organisasi Balai Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC), berdasarkan Keputusan Menteri Keuangan Republik Indonesia No. 499/KMK.01/2001 pada tanggal 23 Juli 2001 adalah sebagai berikut :



Gambar 2.1. Struktur Organisasi Balai Laboratorium Bea dan Cukai

Hingga saat ini Balai Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) Kelas 1 Jakarta telah mendapat akreditasi ISO/IEC 17225 : 2005 sebagai laboratorium pengujian sejak tahun 2002, serta telah memenuhi *World Custom Organization Laboratory*.

Parameter pengujian yang termasuk dalam lingkup akreditasi yaitu :

1. Pengujian garam (NaCl)
2. Pengujian polimer
3. Pengujian minuman mengandung etil alkohol (MMEA)
4. Pengujian gula kristal putih
5. Pengujian gula kristal mentah
6. Pengujian gula kristal rafinasi
7. Pengujian *Crude Palm Oil* (CPO)
8. Pengujian tekstil

9. Pengujian minyak pelumas

10. Pengujian *low alloy steel*

Balai Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) Kelas 1 Jakarta sebagai laboratorium pengujian memiliki tugas pokok yaitu melaksanakan pengujian barang secara laboratoris dan/ atau identifikasi barang, dan pengembangan laboratorium berdasarkan peraturan perundang-undangan yang meliputi:

1. Keperluan *Pre Entry Classification* ( Penetapan Klasifikasi sebelum Impor);
2. Proses keberatan dan banding;
3. Keperluan audit;
4. Keperluan penyelidikan, penindakan dan penyidikan;
5. Pelayanan kepabeanan dan cukai;
6. Keperluan lain yang oleh Pejabat di lingkungan Direktorat Jenderal Bea dan Cukai dianggap perlu.

Selain itu, Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) Kelas 1 juga memiliki tugas lain yaitu melakukan pengujian laboratorium tidak untuk tujuan Kepabeanan dan Cukai, contoh uji berasal dari pengguna jasa eksternal, serta berfungsi untuk:

1. Asistensi teknis terkait pengujian barang secara laboratoris dan/ atau identifikasi barang;
2. Pengelolaan, pemeliharaan, dan perawatan sarana dan prasarana khusus yang berkaitan dengan pengujian barang secara laboratoris;
3. Penyiapan bahan penyusunan standardisasi dan pembakuan metode pengujian barang;
4. Pelaksanaan pengembangan dan pengendalian mutu pengujian;
5. Pelaksanaan urusan keuangan, sumber daya manusia, ketatausahaan, kerumahtanggaan, kepatuhan internal, dan hubungan masyarakat;
6. Penyusunan evaluasi dan pelaporan.

Untuk mempermudah teknis pengujian, maka dibuatlah pembagian sistem kerja di Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) Kelas 1 dengan membentuk 5 komoditi sebagai berikut :

1. Komoditi 1, kategori Bab 1-26 di BTKI yaitu mengerjakan contoh barang mulai dari makhluk hidup, raw material hingga produk siap saji

2. Komoditi 2, kategori Bab 27-39 yaitu mengerjakan pemeriksaan barang barang yang merupakan produk kimia,
3. Komoditi 3, kategori bab 40-83 yaitu mengerjakan umumnya barang barang yang sudah jelas bentuk dan komponen utamanya (barang jadi)
4. Komoditi 4, mengerjakan pemeriksaan barang lartas, bahan narkotika, psikotropika, prekursor (NPP), dan zat new psychosctive substances (NPS)
5. Komoditi 5, kategori bab 12, 23, dan 38 yaitu mengerjakan pemeriksaan CPO dan produk turunannya.

### ***Crude Palm Oil (CPO)***

*Crude palm Oil* (CPO) atau minyak sawit kasar adalah minyak nabati yang diperoleh dari hasil ekstraksi daging buah kelapa sawit, umumnya dari spesies *Elaeis guineensis* dan sedikit dari spesies *Elaeis oleifera* dan *Attalea maripa* yang belum mengalami pemurnian. Minyak sawit secara alami berwarna merah jingga karena mengandung karoten yang tinggi yaitu sekitar 500-700 ppm, selain itu minyak sawit berbeda dengan minyak kelapa yang berasal dari inti buah kelapa (*Cocos nuciefera*) maupun minyak inti kelapa sawit(*Kernel Palm Oil*) yang dihasilkan dari inti kelapa sawit. Perbedaan ketiga jenis minyak tersebut dapat dilihat dari warna dan kadar lemak. Kadar lemak jenuh CPO, KPO, dan minyak kelapa berturut-turut sebesar 41, 81, dan 86% (Harold McGee, 2004).

*Crude Palm Oil* (CPO) biasanya digunakan untuk kebutuhan industri kosmetik, pangan, kimia dan industri pakan ternak. Sebesar 90% minyak sawit digunakan untuk bahan pangan sepertimargarin, minyak goreng, *shortening*, pengganti lemak kakao, *vanaspati* (*vegetable ghee*) dan untuk kebutuhan industri es krim, roti, cokelat, makanan ringan dan biskuit. Sisanya, 10% minyak sawit digunakan untuk industri oleokimia yang menghasilkan metil ester, *fatty alcohol*, asam lemak dansurfaktan (Pamani, 2014). Permintaan biodiesel pada beberapa tahun mendatang akan semakin meningkat, terutama dengan diterapkannya kebijakan penggunaan *renewable energy* di beberapa negara Eropa dan jepang membuat CPO memiliki peluang usaha yang sangat besar (Anonim, 2010).



Trigliserida dan asam lemak seperti yang dapat dilihat pada Tabel 2.1 merupakan komponen utama penyusun minyak sawit. Asam lemak yang terkandung di dalam CPO sebagian besar dalam bentuk asam lemak jenuh berupa asam palmitat yang dapat dilihat pada Tabel 2.2 Asam lemak jenuh yaitu yang atom atom karbonnya tersusun oleh ikatan tunggal, sedangkan asam lemak tak jenuh tersusun oleh ikatan rangkap.

**Tabel 2.1**Komponen penyusun minyak sawit (Hilder, 1997)

Komponen	Komposisi (%)
Trigliserida	95,62
Asam lemak bebas	4,00
Air	0,20
Phospatida	0,07
Karoten	0,03
Aldehid	0,07

**Tabel 2.2** Komposisi asam lemak pada minyak sawit (Hilder, 1997)

Jenis asam lemak	Komposisi (%)
Laurat (C12:0)	< 1,2
Miristat (C14:0)	0,5-5,9
Palmitat (C16:0)	32-59
Palmitoleat(C16:1)	<0,6
Stearat (C18:0)	1,5-8
Oleat(C18:1)	27-52
Linoleat (C18:2)	5,0-14
Linolenat (C18:3)	<1,5

Sifat kimia CPO dipengaruhi oleh ikatan unsur C dan jumlah atom C yang membangun asam lemak tersebut, sedangkan sifat fisik dipengaruhi oleh sifat-sifat kimianya. Minyak merupakan gliserida yang terdiri dari berbagai asam lemak, sedangkan titik cair gliserida tersebut bergantung pada kejenuhan asam. Semakin jenuh asam lemaknya semakin tinggi titik cair dari minyak sawit tersebut. Minyak

sawit murni mempunyai titik cair (24,4-40) C, adapun sifat kimia dan fisika dari CPO dapat dilihat pada Tabel 2.3 dan 2.4.

**Tabel 2.3 Sifat kimia minyak sawit(Ketaren, 1986)**

Parameter	Batas Nilai
Bilangan iodin (mg I <sub>2</sub> /1000 g)	52-54
Bilangan Penyabunan (mg KOH/g)	198-205
Asam lemak bebas (%)	22,5-4,5
Kelembapan (%)	0,1
Pengaruh indeks pemutihan (%)	2,3-2,4
Kadar air (%)	0,5
Bilangan asam (mg KOH/g )	6,9

**Tabel 2.4 Sifat fisika minyak sawit(Ketaren, 1986)**

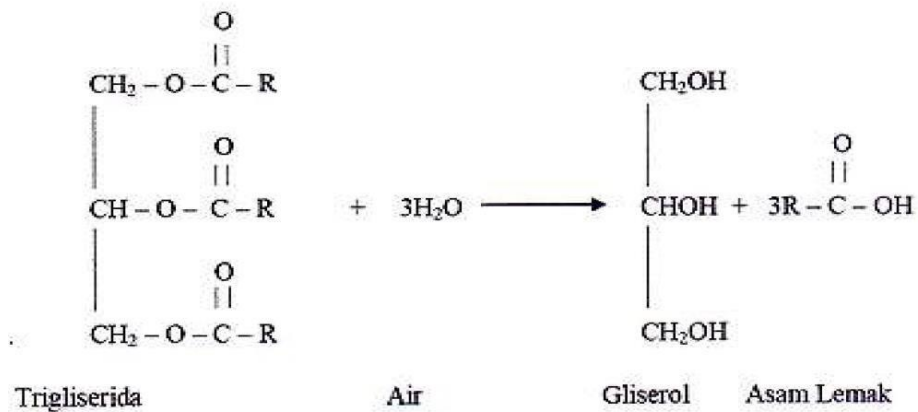
Parameter	Batas Nilai
<i>Specific gravity</i> (25 C/15,5 C)	0,917-0,919
<i>Density</i> (g/ml)	0,8910
Massa jenis	0,9
Indeks bias	1,4565-1,0445
Berat molekul	200,31
<i>Melting point</i> (C)	33-39
<i>Boiling point</i> (C), P = 10 mmHg	170

### **Asam Lemak Bebas (ALB)**

#### **Pengertian Asam Lemak Bebas (ALB)**

Asam Lemak Bebas (ALB) adalah asam lemak yang berada sebagai asam bebas yang tidak terikat sebagai trigliserida. Asam lemak bebas terbentuk karena terjadinya proses hidrolisa minyak menjadi gliserol dan ALB seperti Gambar 2.1. Menurut Almatsier (2004), kadar ALB adalah banyaknya asam lemak bebas yang dihasilkan dari proses hidrolisis suatu minyak. Banyaknya ALB dalam minyak menunjukkan kualitas minyak. Peningkatan kadar ALB menyebabkan ketengikan, perubahan rasa dan warna pada minyak. Reaksi pembentukan ALB dapat

dipercepat dengan adanya faktor air, katalis (enzim), panas, dan keasaman (Ketaren, 1986).



**Gambar 2.2 Reaksi Hidrolisis CPO**

Faktor penyebab meningkatnya kadar ALB pada sampel CPO yaitu kerusakan morfologi dan mikroorganisme pada buah kelapa sawit. Kerusakan pada buah kelapa sawit dipicu oleh proses pemanenan, pengangkutan hingga penimbunan buah kelapa sawit yang dilakukan secara sembrono. Buah kelapa sawit yang mengalami kerusakan morfologi lalu ditempatkan pada tempat yang tidak steril dapat berpengaruh pada pertumbuhan mikroorganisme. Mikroorganisme dapat menghasilkan enzim Lipase yang berfungsi sebagai biokatalisator reaksi hidrolisis minyak menghasilkan gliserol dan ALB (Teuku, dkk., 2017). Penentuan (ALB) sangat penting dilakukan karena apabila semakin besar nilai ALB maka kandungan ALB semakin tinggi, hal ini menunjukkan kualitas suatu minyak menurun. Terdapat berbagai macam asam lemak, tetapi untuk perhitungan kadar ALB dalam CPO dianggap sebagai asam palmitat (berat molekul 256) yang merupakan asam lemak jenuh.

#### **Penetapan Kadar Asam Lemak Bebas (ALB)**

Prinsip penetapan kadar asam lemak bebas berdasarkan alkalimetri yang merupakan titrasi asam basa. Titrasi adalah metode penetapan kadar suatu larutan dengan menggunakan larutan baku yang sudah diketahui konsentrasinya. Larutan baku ditambahkan secara bertahap kedalam larutan sampel yang konsentrasinya tidak diketahui hingga terjadi reaksi kimia yang berlangsung sempurna. Sebelum basa ditambahkan, nilai pH adalah larutan asam kuat, sehingga pH <7 dan ketika

basa ditambahkan sebelum titik ekuivalen, harga pH ditentukan oleh asam lemah. Saat titik ekuivalen jumlah basa yang ditambahkan secara stoikiometri ekuivalen terhadap jumlah asam yang ada. Oleh karena itu pH ditentukan oleh larutan garam (pH =7). Titik ekuivalen dalam titrasi adalah keadaan (kuantitas) asam basa dapat ditentukan secara stoikiometri (Chandra & Cordova, 2012).

Alkalimetri adalah penetapan kadar senyawa yang bersifat asam dengan menggunakan larutan baku basa. Alkalimetri termasuk reaksi netralisasi yakni reaksi antara ion hidrogen yang berasal dari asam dengan ion hidroksida yang berasal dari basa untuk menghasilkan air yang bersifat netral (Elis, 2013).

Suatu Indikator merupakan asam atau basa lemah yang berubah warna diantara bentuk terionisasinya dan bentuk tidak terionisasinya. Sebagai contoh fenolftalein (pp), mempunyai pka 9,4 (perubahan warna diantara pH 8,4– 10,4). Struktur pp akan mengalami perataan ulang pada kisaran pH ini karena proton dipindahkan dari struktur fenol dari pp sehingga pH meningkat akibatnya akan terjadi perubahan warna (Rohman, 2007).

Kadar asam lemak bebas dihitung sebagai presentase berat (% b/b) dari asam lemak bebas yang terkandung dalam CPO, dimana berat molekul asam lemak bebas tersebut dianggap sebesar 256 (sebagai asam palmitat), sebanyak 5 gram sampel dengan suhu 60 °C dilarutkan dalam 50 ml etanol 95 %. Selanjutnya sampel dikondisikan pada suhu 40 °C. campuran yang telah dimasukan kedalam Erlenmeyer ditambahkan dengan indikator pp 3 tetes, lalu dititrasi dengan larutan standar (NaOH/KOH) sampai terjadi perubahan warna dari kuning menjadi merah muda. Kadar asam lemak bebas dihitung berdasarkan persamaan dibawah ini :

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times N \times V}{W}$$

Keterangan :

V = Volume titran yang digunakan (mL)

N = Normalitas larutan titran

W = Berat sampel (g)

25,6 = Konstanta untuk menghitung asam lemak bebas sebagai palmitat.

### ***Automatic Titrator (Autotitrator)***

*Automatic Titrator* (Autotitrator) adalah salah satu alat laboratorium yang sering digunakan. Prinsip kerja autotitrator yaitu berdasarkan metode titrasi potensiometri. Titrasi potensiometri pada dasarnya adalah titrasi untuk mengetahui potensial hidrogen atau pH dari suatu larutan. Dalam titrasi manual dan konvensional, dibutuhkan suatu reagen spesifik untuk mengeluarkan warna dalam pH tertentu, dan juga cara mendeteksinya berdasarkan indera penglihatan manusia. Hal tersebut dilakukan di sekolah atau universitas untuk tujuan praktek. Namun pada skala industri, titrasi potensiometri dilakukan dengan prinsip kerja yang sama dengan titrasi potensiometri konvensional, hanya saja alat yang digunakan bekerja secara otomatis. Mulai dari pengaduk, buret, pendeteksian pH serta perhitungan volume titran semuanya dikerjakan oleh alat. Prinsip kerjanya adalah mengukur pH berdasarkan beda potensial yang terukur dalam sampel. Beda potensial per satu satuan pH adalah 60 miliVolt dengan titik pH 7 atau pH netral sebagai titik nol, pH asam positif dan pH basa negatif. Misal elektrode mendeteksi beda potensial dari sampel adalah +120 mV, berarti pH sampel adalah  $= 7 - (+120/60) = 5$ .



**Gambar 2.3 Automatic Titrator Mitsubishi GT 200**

Berikut komponen penting dalam autotitrator :

1. Display berfungsi menampilkan hasil dari perhitungan dan menunjukkan beberapa pilihan perintah untuk dipilih. Display inilah yang juga sebagai perbedaan dari titrasi manual. Display memungkinkan analisis untuk mengkalibrasi alat, mengatur set akhir pengukuran dan mencatat hasil serta merekamnya di dalam alat untuk dijadikan referensi dalam pengukuran selanjutnya.
2. Autobiuret. Bagian ini yang akan mengukur volume titran yang telah dititrasi dalam sampel uji dan akan menjadi acuan perhitungan selanjutnya. Buret dikendalikan oleh elektroda, jika elektroda belum mencapai titik akhir titrasi maka buret akan terus mengalirkan titran. Dan akan menutup jika elektroda telah mencapai titik akhir pengukuran. Buret ini terhubung dengan penampungan titran dan tower. Jadi ketika larutan titran telah dipakai untuk pengukuran dan telah diukur volume yang terpakai, maka buret akan terisi lagi oleh cairan titran dari penampungan secara otomatis dan siap untuk digunakan kembali.
3. Elektrode. Bagian ini adalah bagian terpenting dalam autotitrator, karena elektrode mempunyai fungsi untuk mengukur potensial hidrogen secara terus menerus sekaligus mengirimkan signal ke buret untuk menutup jika elektrode telah mencapai titik akhir pengukurannya. Jika terjadi masalah dalam alat ini maka pengukuran dengan autotitrator tidak akan bisa dilakukan.

### **Validasi Metode**

Suatu laboratorium dalam melakukan pengujian harus mempunyai mutu yang berkualitas dan personil yang handal. Sistem manajemen mutu merupakan salah satu upaya untuk mencapai hal tersebut sehingga laboratorium memiliki kemampuan dan kepercayaan yang baik serta hasil pengujian dapat dipertanggungjawabkan (Supriyanto dan samin, 2007). Sistem manajemen mutu SNI ISO/IEC 17025 : 2008 tentang persyaratan umum kompetensi laboratorium kalibrasi dan pengujian, laboratorium wajib memvalidasi dan memverifikasi untuk metode yang tidak baku, metode yang didesain atau dikembangkan

laboratorium, metode baku yang digunakan di luar lingkup yang dimaksud, metode baku yang di modifikasi, dan metode baku yang menegaskan dan mengkonfirmasi bahwa metode tersebut sesuai untuk penggunaan yang dimaksud. (BSN, 2006). Tujuan suatu metode harus di validasi dan diverifikasi yaitu bentuk evaluasi untuk memastikan bahwa metode tersebut mampu menghasilkan data yang valid dan sesuai dengan tujuannya, memastikan bahwa metode tersebut telah bekerja dengan baik dan benar di laboratorium. Validasi metode biasanya memiliki parameter yang lebih banyak apabila dibandingkan dengan verifikasi metode. Apabila suatu metode telah dilakukan validasi atau verifikasi maka secara resmi hasil dari analisa tersebut dapat disetujui oleh orang yang bertanggungjawab seperti manager laboratorium sebelum dapat digunakan secara rutin di dalam laboratorium. Oleh karena itu, setiap metode baru yang akan digunakan dalam laboratorium harus didokumentasikan (Riyanto, 2014).

Verifikasi metode didefinisikan sebagai suatu uji kinerja yang dilakukan terhadap suatu metode standar sebelum diterapkan di laboratorium. Metode standar yang dimaksud merupakan metode analisis yang di publikasikan atau diterbitkan oleh suatu badan internasional maupun nasional yang berwenang seperti AOAC, ASTM, WHO, APHA dll. Verifikasi metode uji digunakan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja dan mampu menerapkan suatu metode serta dapat menghasilkan data yang valid. Hal tersebut karena setiap laboratorium memiliki kondisi, kompetensi personil serta kemampuan peralatan yang berbeda (Mulhaquddin, 2014). Parameter pada verifikasi metode adalah presisi (ketelitian), akurasi (ketepatan), rentang dan linieritas, batas deteksi (*Limit of Detection/LOD*) dan batas kuantifikasi (*Limit of Quantification/LOQ*), spesifitas (selektivitas), sensitifitas, ketangguhan dan ketahanan. Pada parameter presisi dan akurasi memiliki nilai minimal ataupun maksimal yang harus dipenuhi (Sa'dah dan Winata, 2010).

#### **Akurasi (*Accuracy*)**

Akurasi (ketepatan) adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisa dengan kadar analit. Akurasi merupakan kemampuan metode analisa

untuk memperoleh nilai benar setelah dilakukan secara berulang (Harmita, 2004). Akurasi dapat ditentukan dengan tiga cara yaitu (Gandjar dan Rohman, 2014) :

1. Hasil analisa dibandingkan dengan CRM (*certified refrence material*) dari organisasi internasional.
2. Uji perolehan kembali dengan menambahkan analit ke dalam matriks blanko (*spiked placebo*).
3. Penambahan baku pada matriks sampel yang mengandung analit (*standar addition method*).

Akurasi dalam penelitian ini dinyatakan sebagai % *trueness* yaitu presentase yang diperoleh antara perbandingan rata-rata hasil pengukuran dengan nilai benar. Apabila nilai replika analisis semakin dekat nilai sebenarnya maka hasil yang diperoleh akan semakin akurat metode tersebut. Rentang kesalahan yang diijinkan pada setiap konsentrasi analit pada sampel dapat dilihat pada Tabel 2.5.

**Tabel 2.5 Nilai Persen Akurasi Berdasarkan Nilai Konsentrasi Sampel (AOAC, 2012)**

Analit Pada Matriks Sampel	Akurasi Yang Diterima (%)
100 (%)	98-101
10 (%)	95-102
1 (%)	92-105
0,1 (%)	90-108
0,01 (%)	85-110
10 µg/g (10 ppm)	80-115
1µg/g (1 ppm)	75-120
10 g/kg (10 ppb)	70-125

#### **Presisi (Uji Ketelitian)**

Presisi merupakan ukuran tingkat keseksamaan nilai beberapa hasil pengujian yang dilakukan secara berulang ulang (Arifin, dkk., 2006). Uji ketelitian (presisi) digunakan untuk mengevaluasi tingkat kedekatan antara hasil tes individu sampel tertentu sehingga diketahui kesalahan acak analisa. Presisi biasanya dinyatakan dalam ketidaktepatan dan dihitung sebagai RSD dari hasil uji atau dinyatakan dalam nilai koefisien variasi (% KV atau % CV). Presisi tidak berhubungan dengan nilai benar atau tidak dari nilai tersebut (Harmita, 2004). Penentuan presisi dibagi ke dalam tiga kategori yaitu (Riyanto, 2014) :



1. Keterulangan (*repeatability*), merupakan keseksamaan metode yang diperoleh dari hasil pengulangan yang dilakukan oleh analis pada kondisi yang sama dan dalam interval waktu pemeriksaan yang pendek. Tujuan dari keterulangan yaitu untuk mengetahui tingkat kesulitan metode, konsistensi analit, dan kesesuaian metode.
2. Presisi antara (*intermediate precision*), merupakan keseksamaan metode yang diperoleh dari hasil pengulangan yang dilakukan dalam suatu laboratorium yang sama, namun, kondisi pengujian yang berbeda. Kondisi yang dimaksud yaitu meliputi pengujian yang dilakukan oleh analis, peralatan, dan waktu yang berbeda.
3. Ketertiruan (*reproducibility*), merupakan keseksamaan metode yang dilakukan pada laboratorium dan kondisi yang berbeda. Pengujian yang dilakukan biasanya pada laboratorium, analis, reagen dan peralatan yang berbeda.

Keberterimaan presisi yaitu apabila simpangan baku relative (RSD) atas nilai koefisien variasi (% CV) sama dengan atau kurang dari 2%. Akan tetapi, kriteria keberterimaan ini fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium.

#### **Estimasi Ketidakpastian pengukuran**

Konsep ketidakpastian (*uncertainty*) merupakan komponen penting dari hasil suatu analisis kuantitatif. Suatu hasil uji belum dapat dinyatakan lengkap apabila tidak diketahui mengenai pengukuran ketidakpastian (Wenclawiak, dkk.). Berdasarkan asal kata, ketidakpastian mempunyai arti kurangpercayaan, ragu ragu dan derajat ketidakyakinan. Menurut *International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology* (2002), ketidakpastian adalah suatu parameter non negatif berdasarkan informasi yang digunakan sehingga dapat menggambarkan sebaran nilai kuantitatif suatu hasil pengujian.

Persyaratan ketidakpastian juga diatur dalam dokumen standar “Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi” ISO 17205 : 2005 dalam butir 5.4.6 bahwa laboratorium wajib mempunyai dan menetapkan prosedur untuk mengestimasi ketidakpastian pengukuran. Estimasi

ketidakpastian tersebut harus wajar (*reasonable*) dan didasarkan pada pengetahuan atas unjuk kerja suatu metode dan harus menggunakan data yang diperoleh dari pengalaman sebelumnya yang telah dilakukan validasi metode. Syarat yang lain adalah bahwa hasil pengujian harus tertelusur dalam Satuan Internasional (SI). Apabila pada laboratorium pengujian ketertelusuran ke SI tidak mungkin atau tidak relevan, maka dapat mengacu ke bahan acuan bersertifikat, metode atau standar yang telah disepakati.

Menurut Eurachem Guide 4 (2000), langkah langkah yang harus ditempuh dalam proses penentuan ketidakpastian yaitu menspesifikasikan cara perhitungan atau pengukuran dengan melihat formula yang digunakan dalam pengukuran, mengidentifikasi sumber sumber ketidakpastian yang mungkin ada pada suatu metode. Proses penentuan ketidakpastian dapat dipermudah dengan menggambarkan suatu diagram tulang ikan (*fish bone*), yakni suatu diagram yang memperlihatkan secara jelas sumbangan ketidakpastian dari sumber yang berkontribusi pada hasil uji. Sumber ketidakpastian dapat berasal dari cara sampling, efek peralatan atau instrumen, kemurnian pereaksi, kondisi lingkungan, ketidakpastian massa dan volume, nilai bahan acuan, perkiraan dan asumsi yang berkaitan dengan metode dan parameter pengukuran.

Secara umum ketidakpastian pengukuran terdiri dari banyak komponen. Beberapa komponen tersebut dapat dievaluasi berdasarkan pengukuran serangkaian distribusi statistik dengan cara menghitung standar deviasi yang dievaluasi dari distribusi probabilitas berdasarkan pengalaman atau informasi lainnya. Menurut ISO GUM (*Guide to the Expression of Uncertainty Measurement*) terdapat 2 tipe ketidakpastian tipe A dan B.

1. Tipe A, merupakan ketidakpastian yang berasal dari pengukuran yang dilakukan secara berulang. Sehingga nilai ketidakpastian dapat dihitung dan diperoleh nilainya.
2. Tipe B, merupakan ketidakpastian yang diperoleh selain dengan cara analisis dan biasanya didasarkan pada pertimbangan ilmiah menggunakan informasi relevan. Contoh evaluasi tipe B yaitu menggunakan ketidakpastian yang dilaporkan dalam sertifikat kalibrasi alat.

## BAB III METODOLOGI

### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian diantaranya adalah Natrium Hidroksida Merck, Kalium Hidrogen Phthalate Merck, Etanol 95% Merck, Etanol teknis, Larutan Indikator Fenolftalein 1%, Hexane Teknis, Tisu Passeo dan Air (*Purified water*).

### Alat

Peralatan yang digunakan diantaranya adalah berbagai alat-alat gelas, Neraca analitik Shimadzu, Autotitrator Mitshubishi GT 200, Oven Memmert, dan Desikator.

### Prosedur Kerja

Pembuatan Larutan NaOH 0,1 N

NaOH sebanyak empat gram dilarutkan dalam satu liter akuades.

Pembuatan Etanol netral

Etanol p.a ditambahkan 0,5 mL indikator Fenolftalein dan NaOH 0,1 N tetes demi tetes hingga timbul warna merah muda yang stabil.

Standardisasi NaOH 0,1 N

- a. Kalium hydrogen phthalate sebanyak 1 gram dikeringkan menggunakan oven pada suhu 120 selama 2 jam, kemudian didinginkan dalam desikator
- b. Kalium hydrogen phthalate yang sudah kering ditimbang sebanyak 0,1 gram lalu dilarutkan dengan akuades sebanyak 50 mL dalam gelas kimia.
- c. <F2> pada *Titration Window* ditekan lalu akan muncul pilihan parameter pengujian.
- d. “01: Standarisasi NaOH” dipilih pada metode lalu → Tekan<Enter>.
- e. Bobot sampel diisi beserta satuannya → Tekan<Enter>.
- f. Identitas sampel yang akan dianalisa diisi → Tekan<Enter>.
- g. Larutan KHP (3.3.3.2) dan *magnetic stirrer* ditempatkan pada autotitrator, lalu *Detection Electrode*, *Reference Electrode*, dan *Nozzle Burette* di celupkan dalam larutan
- h. Kecepatan stirrer di atur
- i. <Start/Stop> ditekan untuk memulai titrasi.
- j. Setelah muncul *Inflection Point*, hasil titrasi otomatis tercetak melalui printer.

- k. Elektroda dibilas dengan etanol teknis dan keringkan dengan tissue lalu celupkan elektroda kedalam beaker berisi akuades dan *magnetic stirrer*.
- l. Menu dipilih lalu → Tekan<F2>. “**10. Hardware setting/test**” dipilih lalu → Tekan<Enter>.
- m. “2. Potential monitor” dipilih → Tekan<Enter>. Pada Menu “**Value**”, dipilih “**pH**” dengan menekan tanda panah kesamping kanan (▶).
- n. Tunggu hingga nilai pH sama dengan pH akuades ( $\pm 5 - 6$ ).
- o. <Escape> ditekan untuk kembali ketampilan awal *Titration Window*.
- p. Standarisasi kedua dilanjutkan.

#### Penentuan kadar *Free Fatty Acid* (FFA)

- a. Contoh uji dipanaskan pada suhu 60°C, diaduk hingga homogen.
- b. Etanol netral dipanaskan pada suhu 60°C.
- c. Contoh uji ditimbang sesuai tabel di bawah ini kedalam gelas kimia 100 mL.
- d. Etanol netral hangat sebanyak 50 mL ditambahkan, lalu dihomogenkan.
- e. Pada *Titration Window*, <F2> ditekan akan muncul pilihan parameter pengujian.
- f. Metode yang akan digunakan dipilih lalu → Tekan<Enter>.
- g. Pilihan Metode sbb
  - a. “02 :Palmitat” untuk sampel Palmitat.
  - b. “03 :Oleat” untuk sampel Oleat.
  - c. “04 :Laurat” untuk sampel Laurat.
  - d. “09 : CPO” untuk sampel CPO.
- h. Bobot sampel dan satuannya diisi → Tekan<Enter>.
- i. Identitas sampel yang akan dianalisa diisi → Tekan<Enter>.
- j. Gelas kimia yang berisi contoh uji dan *magnetic stirrer* ditempatkan pada autotitrator, lalu dicelupkan *Detection Electrode*, *Reference Electrode*, dan *Noozle Burette*.
- k. Kecepatan stirrer diatur.
- l. Tekan <Start/Stop> untuk memulai titrasi.

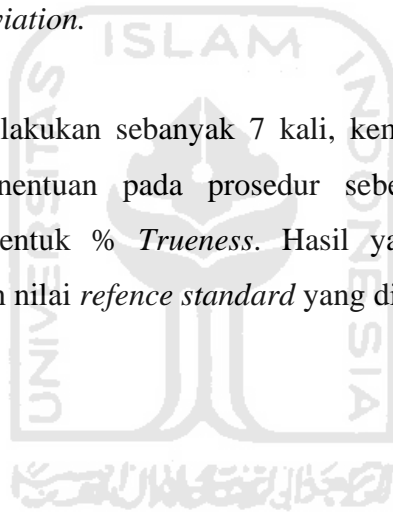
- m. Setelah muncul *Inflection Point*, hasil titrasi otomatis tercetak melalui printer.
- n. Elektroda dibilas dengan Hexane teknis dan Etanol teknis lalu dikeringkan dengan tissue. Kemudian elektroda dicelupkan kedalam beaker berisi akuades dan *magnetic stirrer*.
- o. pengecekan pH dilakukan hingga menunjukkan pH netral.

#### Penentuan Presisi

Pengujian sampel dilakukan sebanyak 7 kali, kemudian diukur nilai FFA seperti tahapan penentuan kadar ffa pada prosedur sebelumnya. Hasil pengukuran yang diperoleh kemudian diolah untuk menentukan persentase *relative standard deviation*.

#### Penentuan Akurasi

Pengujian contoh dilakukan sebanyak 7 kali, kemudian diukur nilai FFA seperti tahapan penentuan pada prosedur sebelumnya. Akurasi yang digunakan dalam bentuk % *Trueness*. Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan nilai *refence standard* yang digunakan yaitu 5,12 %.



## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (ALB)**

Penentuan kadar asam lemak (ALB) pada sampel *Crude Palm Oil* (CPO) bertujuan untuk mengetahui nilai asam lemak bebas dalam sampel. Hal tersebut bertujuan untuk memantau kualitas CPO. Penentuan kadar asam lemak (ALB) pada sampel *Crude Palm Oil* (CPO) di Balai Laboratorium Bea dan Cukai merupakan salah satu metode yang sudah tersertifikat oleh KAN, oleh sebab itu penelitian dilakukan secara berkala. Penelitian dilakukan mengacu pada SNI 01-2901-2006 mengenai *Crude Palm Oil* (CPO). Sebelumnya telah dilakukan uji banding antar laboratorium dan diperoleh nilai *reference standard* asam lemak bebas dalam sampel CPO sebesar 5,12%.

Preparasi yang dilakukan sebelum dilakukan pengujian yaitu, sampel yang masih tersimpan didalam botol terlebih dahulu direndam dalam air hangat, selanjutnya ditimbang sesuai prosedur dan sampel dipanaskan lagi pada suhu 60°C. Perlakuan tersebut bertujuan agar sampel tidak mengalami penggumpalan, karena CPO merupakan lemak yang memiliki sifat berwujud padat dalam suhu ruang. Penggumpalan akan mempengaruhi hasil uji, karena asam lemak bebas tidak bereaksi secara sempurna dengan reagen.

Prinsip analisis menggunakan autotitrator dilakukan dengan menempatkan gelas beaker yang telah berisi  $\pm 5$  gram sampel dalam 50 mL etanol hangat kemudian diletakan pada meja kerja autotitrator, selanjutnya elektroda dan pH meter dicelupkan dalam sampel yang juga dilakukan pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Selanjutnya dilakukan titrasi secara otomatis. Hasil pengukuran nilai asam lemak bebas (ALB) pada sampel CPO dilakukan dengan pengulangan sebanyak 7 kali yang ditunjukkan pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1 Nilai asam lemak bebas (ALB) pada sampel CPO**

Ulangan Ke-	Bobot Contoh Uji (w) (g)	Volume Larutan Titar (V) (mL)	Normalitas (N)	% ALB
1	5,0066	10,0069	0,0995	5,09
2	5,0091	9,9297	0,0995	5,05
3	5,0072	10,0275	0,0995	5,10
4	5,0041	9,9498	0,0995	5,06
5	5,0066	10,1387	0,0995	5,16
6	5,0020	10,1507	0,0995	5,17
7	5,0067	10,1470	0,0995	5,16
<b>Rata-rata</b>				<b>5,11</b>

Nilai ALB dari 7 kali hasil pengulangan diperoleh nilai rata-rata 5,11%. Nilai yang diperoleh telah memenuhi nilai keberterimaan yang didasari oleh nilai *reference standard* berdasarkan hasil uji banding laboratorium sebesar 5,12%. Hasil yang diperoleh dapat dikatakan baik karena nilainya mendekati dan berada dibawah nilai keberterimaan berdasarkan nilai *reference standard*.

#### **Penentuan Presisi**

Presisi merupakan kedekatan hasil yang dilakukan secara berulang. Semakin dekat nilai antara pengulangan yang dilakukan maka akan dikatakan semakin baik. Validasi dengan parameter presisi pada pengujian CPO menggunakan autotitrator dinyatakan dalam *repeatability* dan *reproducibility*. Data hasil penentuan *repeatability* ditunjukkan dalam Tabel 4.2.

**Tabel 4.2 Hasil presisi untuk *repeatability***

<b>Ulangan Ke-</b>	<b>Bobot Contoh Uji (w) (g)</b>	<b>Volume Larutan Titar (V) (mL)</b>	<b>Normalitas (N)</b>	<b>% ALB</b>
1	5,0066	10,0069	0,0995	5,09
2	5,0091	9,9297	0,0995	5,05
3	5,0072	10,0275	0,0995	5,10
4	5,0041	9,9498	0,0995	5,06
5	5,0066	10,1387	0,0995	5,16
6	5,0020	10,1507	0,0995	5,17
7	5,0067	10,1470	0,0995	5,16
<b>Rata-rata</b>				5,11
<b>SD</b>				0,0505
<b>% RSD</b>				0,9879
<b>CV HORWITZ</b>				3,1288
<b>2/3 CV HORWITZ</b>				2,0858

Nilai ALB dari 7 kali hasil pengulangan diperoleh rata-rata 5,11%. Nilai yang diperoleh tersebut kemudian digunakan untuk menentukan nilai standar deviasi (SD). Nilai standar deviasi yang didapat sebesar 0,0505. Selanjutnya dimasukan nilai standar deviasi kedalam rumus perhitungan nilai relatif standar deviasi (% RSD). Presentase RSD yang diperoleh yaitu sebesar 0,9879. Menurut Yulia (2010) nilai presisi yang baik apabila  $\% RSD < \frac{2}{3} CV \text{ HORWITZ}$ . Rumus CV HORWITZ yaitu  $2^{(1-(0,5 \log C))}$ . C merupakan kadar analit yang tidak memiliki satuan. Karena rata-rata pengukuran ALB sebesar 5,11% nilai C sebesar 0,0511, sehingga nilai CV HORWITZ sebesar 3,1288 sedangkan 2/3 CV HORWITZ sebesar 2,0858. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode penentuan ALB dalam CPO memiliki presisi yang tinggi, karena nilai presisi  $\% RSD < \frac{2}{3} CV \text{ HORWITZ}$ .

Tujuan dilakukan reproduibilitas adalah untuk mengetahui apakah suatu metode yang digunakan akan memberikan hasil yang baik apabila dilakukan dengan beberapa perbedaan variabel. Perbedaan variabel yang dilakukan yaitu dilakukan oleh analis dan hari pengujian yang berbeda. Hasil penentuan *reproducibility* ditunjukkan dalam Tabel 4.3.



**Tabel 4.3 Hasil presisi untuk *reproducibility***

Ulangan Ke-	Bobot Contoh Uji (w) (g)	Volume Larutan Titar (V) (mL)	Normalitas (N)	% ALB
1	5,0120	10,1818	0,0992	5,16
2	5,0188	10,1984	0,0992	5,16
3	5,0055	10,02	0,0992	5,08
4	5,0057	10,1802	0,0992	5,16
5	5,0004	10,1494	0,0992	5,15
6	5,0174	10,1424	0,0992	5,13
7	5,0196	10,0927	0,0992	5,11
<b>Rata-rata</b>				5,14
<b>SD</b>				0,0314
<b>% RSD</b>				0,6115
<b>CV HORWITZ</b>				3,1267
<b>2/3 CV HORWITZ</b>				2,0844

Nilai ALB dari 7 kali hasil pengulangan diperoleh nilai rata-rata 5,14%. Nilai yang diperoleh tersebut kemudian digunakan untuk menentukan nilai standar deviasi (SD). Nilai standar deviasi yang didapat adalah sebesar 0,0314. Selanjutnya dimasukan nilai standar deviasi kedalam rumus perhitungan nilai relatif standar deviasi (%RSD). Presentase RSD yang diperoleh yaitu sebesar 0,6115. Menurut Yuli (2010) nilai presisi yang baik apabila  $\% RSD < \frac{2}{3} CV$  HORWITZ. Rumus CV HORWITZ yaitu  $2^{(1-(0,5 \log C))}$ . C merupakan kadar analit yang tidak memiliki satuan. Karena rata-rata pengukuran ALB sebesar 5,14% nilai C sebesar 0,0514, sehingga nilai CV HORWITZ sebesar 3,1267 sedangkan 2/3 CV HORWITZ sebesar 2.0844. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode penentuan ALB dalam CPO memiliki presisi yang tinggi, karena nilai presisi  $\% RSD < \frac{2}{3} CV$  HORWITZ.

#### **Penentuan akurasi**

Nilai akurasi merupakan keberterimaan yang baik antara nilai secara teoritis atau nilai sebenarnya dengan nilai hasil uji. Nilai akurasi pada penentuan nilai ALB dalam CPO menggunakan autotitrator dinyatakan dalam % *Trueness*. %

*Trueness* dilakukan dengan membandingkan nilai hasil pengukuran dengan nilai *reference standard*. Nilai *reference standard* diperoleh berdasarkan hasil uji banding laboratorium yang telah dilakukan sebelumnya yaitu sebesar 5,12%. Hasil pengujian kadar ALB yang dilakukan oleh 5 laboratorium dapat dilihat pada Tabel 4.4.

**Tabel 4.4 Hasil Uji Banding Penentuan Kadar ALB**

No	Laboratorium	% ALB
BLBC		
1	Jakarta	5,07
2	Lab A	4,76
3	Lab B	5,12
4	Lab C	5,40
5	Lab D	5,23
Rata-rata		5,12

Berdasarkan hasil pengujian tersebut dapat diketahui bahwa penentuan kadar ALB dalam CPO tidak memiliki inter-reproduksibilitas yang baik, sehingga dilakukan pengolahan data secara statistika yaitu Uji T. Berdasarkan hasil Uji T,  $T$  Hitung  $<$   $T$  Tabel maka dapat dikatakan kadar ALB dalam CPO yang dihasilkan oleh laboratorium BLBC Jakarta tidak berbeda secara signifikan dengan yang dihasilkan oleh keempat laboratorium lainnya.

Penentuan nilai akurasi dilakukan melalui 14 kali pengulangan, dimana 7 kali pengulangan dilakukan oleh analis 1 dan pengulangan 7 kali selanjutnya dilakukan oleh analis 2. Nilai rata-rata dari hasil yang dilakukan oleh kedua analis lalu dibandingkan dengan nilai *reference standard*. Data hasil penentuan akurasi ditunjukkan pada Tabel 4.4.

**Tabel 4.5 Hasil penentuan akurasi dalam % Trueness**

Analisis	Rata rata pengukuran % ALB
1	5,11
2	5,14
Rata-rata	5,125
<i>Reference Standard</i>	5,12
<i>Trueness (%)</i>	100,09

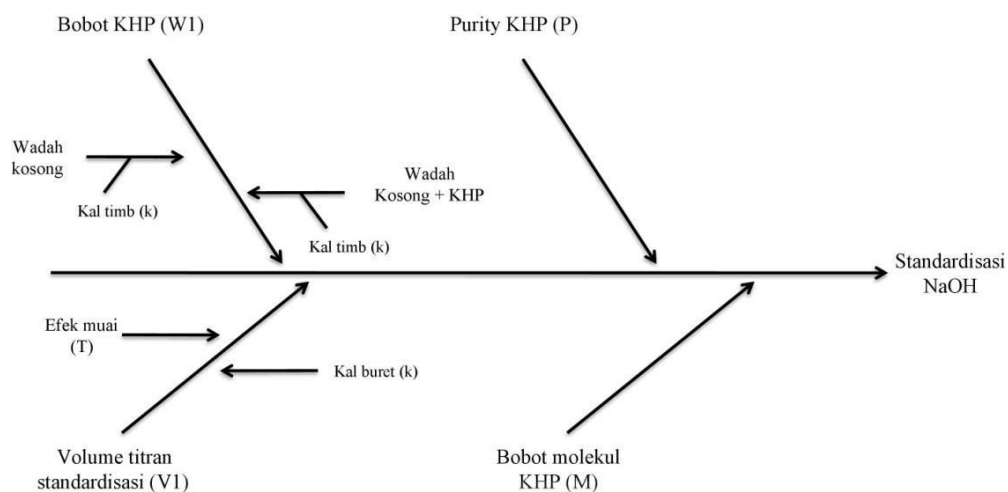
Nilai presentase *trueness* diperoleh dari membandingkan nilai % ALB rata-rata hasil pengukuran dengan nilai *reference standard*. Nilai rata-rata pengukuran % ALB yaitu sebesar 5,125% dan nilai *reference standard* sebesar 5,12%, sehingga diperoleh nilai presentase *trueness* untuk penentuan ALB dalam CPO adalah sebesar 100,09%. Berdasarkan rentang nilai keberterimaan presentase *trueness* yang telah diterapkan oleh AOAC (2012), *trueness* dapat dikatakan baik apabila analit dengan konsentrasi 1-10% memiliki rentang antara 92-105%. Nilai hasil presentase *trueness* untuk penentuan ALB dalam CPO menggunakan autotitrator memasuki rentang yang telah ditetapkan. Hal ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan memiliki akurasi (derajat kedekatan hasil) yang baik dengan nilai sebenarnya.

#### **Penentuan Estimasi Ketidakpastian**

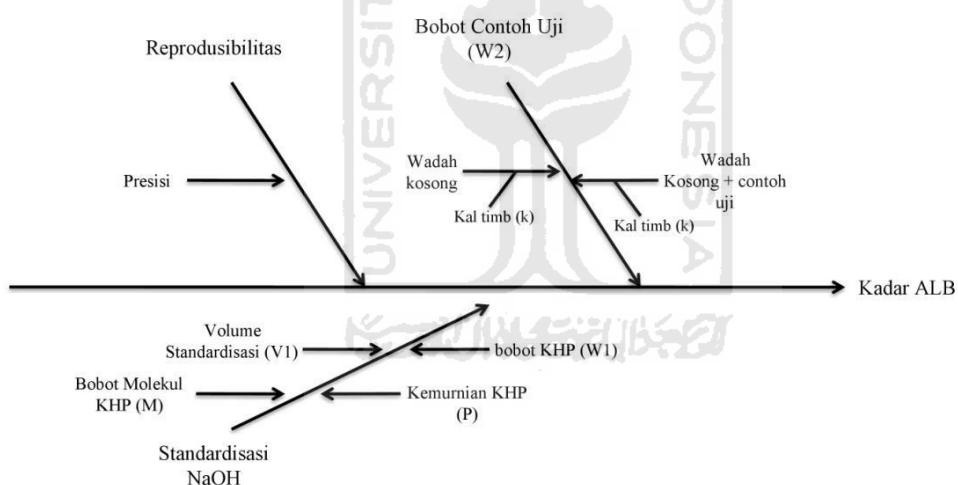
Penentuan estimasi ketidakpastian dilakukan untuk mengetahui dan memastikan bahwa hasil verifikasi penentuan asam lemak bebas dalam CPO menggunakan Autotitrator dapat dipertanggung jawabkan keakuratannya dan metode yang digunakan dapat memberikan hasil yang valid. Estimasi ketidakpastian pengukuran pada penelitian ini menggunakan penggabungan antara ketidakpastian A dan B. Karena meski setiap alat yang digunakan ketika proses pengujian didasarkan pada nilai yang tertera dalam sertifikat kalibrasi dan spesifikasi pabrik yang mengeluarkan alat-alat tersebut, namun untuk *reference standard* sampel diperoleh berdasarkan rangkaian eksperimental uji banding antar laboratorium.

Penentuan ketidakpastian pengukuran nilai ALB dalam sampel CPO menggunakan Autotitrator ditentukan dengan beberapa langkah yaitu membuat prosedur, menentukan rumus, membuat diagram tulang ikan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 dan 4.2, menentukan ketidakpastian baku, ketidakpastian gabungan, dan ketidakpastian diperluas.

**Gambar 4.1 Diagram tulang ikan pada Standardisasi NaOH**



**Gambar 4.2 Diagram tulang ikan pada penentuan ALB dalam CPO menggunakan Autotitrator**



Berdasarkan Gambar 4.1 dan 4.2 penentuan nilai ketidakpastian pengukuran ALB ditentukan dari parameter sumber-sumber ketidakpastian yang ditunjukkan dalam bentuk diagram tulang ikan. Diagram tulang ikan akan memberikan informasi mengenai sumber penyumbang ketidakpastian dalam penelitian serta faktor yang mempengaruhi pengukuran nilai ALB. sumber-sumber ketidakpastian dari diagram tulang ikan tersebut dengan ketidakpastian asal. Adapun ketidakpastian asal yang terdapat pada penentuan ALB sampel CPO antara lain volume titran standardisasi ( $V_1$ ), bobot KHP ( $W_1$ ), purity KHP ( $P$ ), bobot molekul KHP ( $M$ ), bobot contoh uji ( $W_2$ ), dan repeatabilitas. Selanjutnya

dilakukan perhitungan parameter ketidakpastian seperti ketidakpastian baku, ketidakpastian gabungan, dan ketidakpastian diperluas.

**Tabel 4.6 Data alat yang digunakan pada penentuan ALB dalam sampel CPO**

No	Nama Alat	No Kalibrasi	Ketidakpastian (U95)	
			Nilai ketidakpastian	K
1	Analytical Balance	k.1.8.5	$\pm 0,26$ mg	2
2	Thermohygrometer	K.6.1.5	$\pm 0,1$ C	2,007

**Tabel 4.7 Formula yang digunakan pada penentuan ALB dalam sampel CPO**

Simbol	Keterangan	Nilai	Satuan
$m_{KHP}$	Massa (berat) KHP	0,1012	g
$m_{CPO}$	Massa (berat) CPO	50,113	g
$P_{KHP}$	Purity KHP	0,995	
$V_{T1}$	V NaOH untuk titrasi KHP	4,993	mL
$M_{KHP}$	Massa molar KHP	2,042,212	g/mol
$C_{NaOH}$	Konsentrasi NaOH dalam sampel	0	mol/L
$C_{CPO}$	Kadar FFA pada CPO	5,12	%

Tabel 4.5 dan Tabel 4.6 merupakan daftar alat dan formula yang digunakan dalam menentukan nilai ALB. Nilai ketidakpastian setiap alat bersumber dari nilai yang tertera dalam sertifikat kalibrasi dan spesifikasi pabrik yang mengeluarkan alat alat tersebut dan memiliki tingkat kepercayaan 95%.

#### **Ketidakpastian Baku**

#### **Ketidakpastian Baku Pengukuran Standardisasi Larutan Natrium Hidroksida (NaOH)**

Ketidakpastian baku yang berasal dari pengukuran standardisasi larutan Natrium Natrium Hidroksida (NaOH) merupakan ketidakpastian tipe A dan B. Sumber ketidakpastian baku yang berasal dari pengukuran standardisasi larutan Natrium Natrium Hidroksida (NaOH) yaitu diantaranya adalah ketidakpastian baku asal kemurnian Kalium Hidrogen Phtalat ( $C_8H_5KO_4$ ), *Analytical Balance*, Autotitrator, bias titik akhir, dan massa molar Kalium Hidrogen Phtalat ( $C_8H_5KO_4$ ).

1. Ketidakpastian Baku Asal Kemurnian Kalium Hidrogen Phtalat ( $C_8H_5KO_4$ )

Ketidakpastian baku asal kemurnian Kalium Hidrogen Phtalat ( $C_8H_5KO_4$ ) mengacu pada sertifikat bahwa kemurnian standar yang tercantum sebesar  $95 \pm 5\%$  tanpa menyebut berapa tingkat kepercayaannya. Oleh sebab itu kemurnian standarnya adalah  $95 \pm 5\%$  karena tidak diketahui informasi mengenai tingkat kepercayaan, maka diasumsikan sebagai distribusinya rektangular. Nilai ketidakpastian baku asal kemurnian berdasarkan perhitungann sebesar 0,002887.

$$\begin{aligned}\mu (\text{PKHP}) &= \frac{0,005}{\sqrt{3}} \\ &= 0,002887\end{aligned}$$

## 2. Ketidakpastian Baku Akibat *Analytical Balance* (K.1.8.6)

Ketidakpastian Baku Akibat *Analytical Balance* menggunakan ketidakpastian tipe B yang mengacu pada nilai ketidakpastian yang tercantum dalam sertifikat. Ketidakpastian Baku Akibat *Analytical Balance* berasal dari ketidakpastian kalibrasi  $\mu$  (k) dan massa wadah kosong  $\mu$  ( $m_{\text{KHP}}$ ) yang diperoleh dari persamaan 1 dan 2.

$$\mu (k) = \frac{u}{k} \quad (1)$$

$u$  merupakan nilai ketidakpastian alat yang berdasarkan dari sertifikat yaitu sebesar 0,26 mg, sedangkan  $k$  merupakan merupakan penggambaran selang kepercayaan pada sertifikat yaitu 95% yang memiliki faktor cakupan  $k = 2$ . Besarnya ketidakpastian kalibrasi  $\mu$  (k) didapatkan hasil sebesar 0,00013 g.

$$= \frac{0,26 \text{ mg}}{2} = 0,13 \text{ mg} = 0,00013 \text{ g}$$

Ketidakpastian baku berasal dari massa wadah kosong dan wadah berisi KHP ( $m_{\text{wadah kosong}}$ ) melalui persamaan 3 sebesar 0,00013 g. nilai tersebut dikarenakan dianggap sama dengan nilai ketidakpastian kalibrasi  $\mu$  (k).

$$m_{\text{wadah kosong}} = \mu (m_{\text{wadah}} + \text{KHP}) \quad (2)$$

$$= 0,00013 \text{ g}$$

Ketidakpastian baku akibat masa KHP  $\mu$  ( $m_{\text{KHP}}$ ) diperoleh melalui persamaan 3 dengan hasil sebesar 0,0001884 g dengan nilai  $\mu$  (k) dan nilai  $\mu$   $m_{\text{wadah kosong}}$  yang diperoleh dari diperhitungan sebelumnya sebesar 0,00013 g.

$$\mu (m_{\text{KHP}}) = \sqrt{\mu (k)^2 + \mu (m_{\text{wadah kosong}})^2} \quad (3)$$

$$= \sqrt{(0,00013)^2 + (0,00013)^2} = 0,000184 \text{ g}$$

### 3. Ketidakpastian Baku Akibat Autotitrator

Ketidakpastian baku akibat Autotitrator berasal dari ketidakpastian kalibrasi  $\mu$  (k) dan ketidakpastian efek temperatur  $\mu$  (T). Autotitrator yang digunakan merupakan alat baru, oleh sebab itu dalam penentuan ketidakpastian menggunakan persamaan 4 yang diasumsikan sebagai distribusi rektangular.

$$\begin{aligned} \mu(k) &= \frac{s}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{0,0505}{\sqrt{3}} = 0,0291 \end{aligned} \quad (4)$$

Nilai s sebesar 0,0505 berasal dari simpangan baku pengukuran, sehingga nilai ketidakpastian kalibrasi  $\mu$  (k) diperoleh sebesar 0,0291.

Ketidakpastian baku akibat Autotitrator berasal dari ketidakpastian efek temperatur  $\mu$  (T) dihitung menurut persamaan 5.

$$\mu(k) = \frac{\Delta T}{2} \times \alpha \times V \quad (5)$$

$\Delta T$  merupakan perbedaan temperatur ruangan pengujian dengan temperatur kalibrasi autotitrator yaitu sebesar  $0^\circ\text{C}$ , sedangkan  $\alpha$  merupakan koefisien muai yaitu sebesar  $2,1 \times 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ . nilai V merupakan volume rata-rata yang digunakan saat standardisasi yaitu sebesar 5,16 mL. Berdasarkan persamaan 5 maka nilai ketidakpastian efek temperatur  $\mu$  (T) sebesar 0 mL

$$= \frac{0^\circ\text{C}}{2} \times 2,1 \times 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1} \times 5,16 \text{ mL} = 0 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku akibat Autotitrator  $\mu$  ( $V_{T1}$ ) selanjutnya ditentukan dengan menggunakan persamaan 6. Nilai  $\mu(k)^2$  sebesar 0,0291 dan  $\mu$  (T) sebesar 0 mL. Sehingga diperoleh ketidakpastian baku akibat Autotitrator  $\mu$  ( $V_{T1}$ ) nilai sebesar 0,0291 mL.

$$\begin{aligned} \mu(V_{T1}) &= \sqrt{\mu(k)^2 + \mu(T)^2} \\ &= \sqrt{(0,0291)^2 + (0)^2} = 0,0291 \text{ mL} \end{aligned} \quad (6)$$

### 4. Ketidakpastian Baku Akibat Asal Bias Titik akhir

Ketidakpastian baku asal bias penentuan titik akhir titrasi oleh system autotitrator dapat diabaikan.

5. Ketidakpastian Baku Asal Massa Molar Kalium Hidrogen Phtalat ( $C_8H_5KO_4$ )

Ketidakpastian baku asal massa molar Kalium Hidrogen Phtalat ( $C_8H_5KO_4$ ) merupakan gabungan ketidakpastian asal atom-atom penyusunnya seperti pada Tabel 4.8 yang berasal dari IUPAC. Melalui persamaan 7 besarnya ketidakpastian baku asal masa molar Kalium Hidrogen Phtalat ( $C_8H_5KO_4$ ) diperoleh sebesar 0,003748 g/mol.

**Tabel 4.8 ketidakpastian penyusun  $C_8H_5KO_4$**

Unsur	Berat Atom (g)	Ketidakpastian (g)	Ketidakpastian Baku (g)
8C	12,0107	$\pm 0,0008$	$8 \times 0,00046 = 0,003680$
5H	1,00794	$\pm 0,00007$	$5 \times 0,000040 = 0,00020$
1K	39,0983	$\pm 0,0001$	$1 \times 0,000058 = 0,000058$
4O	15,9994	$\pm 0,0003$	$4 \times 0,00017 = 0,000680$

$$M_{KHP} = 8(12,0107) + 5(1,00794) + 1(39,0983) + 4(15,9994)$$

$$= 204,2212 \text{ g/mol}$$

$$\mu (M_{KHP}) = \sqrt{\mu(8C)^2 + \mu(5H)^2 + \mu(K)^2 + \mu(4O)^2} \quad (7)$$

$$= \sqrt{(0,003680)^2 + (0,00020)^2 + (0,000058)^2 + (0,000680)^2}$$

$$= 0,003748 \text{ g/mol}$$

**Ketidakpastian Baku Pengukuran Kadar ALB pada CPO**

1. Ketidakpastian baku akibat Analytical Balance (K.1.8.5)

Ketidakpastian Baku Akibat *Analytical Balance* menggunakan ketidakpastian tipe B yang mengacu pada nilai ketidakpastian yang tercantum dalam sertifikat. Ketidakpastian Baku Akibat *Analytical Balance* berasal dari ketidakpastian kalibrasi  $\mu(k)$  dan massa wadah kosong  $\mu(m_{KHP})$  yang diperoleh dari persamaan 8 dan 9.

$$\mu(k) = \frac{u}{k} \quad (8)$$



u merupakan nilai ketidakpastian alat yang berdasarkan dari sertifikat yaitu sebesar 0,26 mg, sedangkan k merupakan merupakan penggambaran selang kepercayaan pada sertifikat yaitu 95 % dengan faktor cakupan  $k = 2$ . Besarnya ketidakpastian kalibrasi  $\mu (k)$  didapatkan hasil sebesar 0,00013 g.

$$= \frac{0,26 \text{ mg}}{2} = 0,13 \text{ mg} = 0,00013 \text{ g}$$

Ketidakpastian baku berasal dari massa wadah kosong dan wadah berisi CPO ( $m_{\text{wadah kosong}}$ ) melalui persamaan 9 sebesar 0,00013 g. nilai tersebut dikarenakan dianggap sama dengan nilai ketidakpastian kalibrasi  $\mu (k)$ .

$$m_{\text{wadah kosong}} = \mu (m_{\text{wadah}} + \text{CPO}) \quad (9)$$

$$= 0,00013 \text{ g}$$

Ketidakpastian baku akibat masa CPO  $\mu (m_{\text{KHP}})$  diperoleh melalui persamaan 10 dengan hasil sebesar 0,0001884 g dengan nilai  $\mu (k)$  dan nilai  $\mu m_{\text{wadah kosong}}$  yang diperoleh dari diperhitungan sebelumnya sebesar 0,00013 g.

$$\mu (m_{\text{CPO}}) = \sqrt{\mu (k)^2 + \mu (m_{\text{wadah kosong}})^2} \quad (10)$$

$$= \sqrt{(0,00013)^2 + (0,00013)^2} = 0,000184 \text{ g}$$

#### 6. Ketidakpastian Baku Akibat Autotitrator

Ketidakpastian baku akibat Autotitrator berasal dari ketidakpastian kalibrasi  $\mu (k)$  dan ketidakpastian efek temperature  $\mu (k)$ . Autotitrator yang digunakan merupakan alat baru, oleh sebab itu dalam penentuan ketidakpastian menggunakan persamaan 11 yang diasumsikan sebagai distribusi rectangular.

$$\mu (k) = \frac{s}{\sqrt{3}} \quad (11)$$

$$= \frac{0,0505}{\sqrt{3}} = 0,0291$$

Nilai s sebesar 0,0505 berasal dari simpangan baku pengukuran, sehingga nilai ketidakpastian kalibrasi  $\mu (k)$  diperoleh sebesar 0,0291

Ketidakpastian baku akibat Autotitrator berasal dari ketidakpastian efek temperatur  $\mu (T)$  dihitung menurut persamaan 12.

$$\mu (k) = \frac{\Delta T}{2} \times \alpha \times V \quad (12)$$

$\Delta T$  merupakan perbedaan temperatur ruangan pengujian dengan temperatur kalibrasi autotitrator yaitu sebesar  $0^{\circ}\text{C}$ , sedangkan  $\alpha$  merupakan koefisien muai yaitu sebesar  $2,1 \times 10^{-4} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ . nilai  $V$  merupakan volume rata-rata yang digunakan saat standardisasi yaitu sebesar  $10,05 \text{ mL}$ . Berdasarkan persamaan 13 maka nilai ketidakpastian efek temperatur  $\mu (T)$  sebesar  $0 \text{ mL}$

$$= \frac{0^{\circ}\text{C}}{2} \times 2,1 \times 10^{-4} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1} \times 10,05 \text{ mL} = 0 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku akibat Autotitrator  $\mu (V_{T1})$  selanjutnya ditentukan dengan menggunakan persamaan 13. Nilai  $\mu(k)^2$  sebesar  $0,0291$  dan  $\mu (T)$  sebesar  $0 \text{ mL}$ . Sehingga diperoleh ketidakpastian baku akibat Autotitrator  $\mu (V_{T1})$  nilai sebesar  $0,0291 \text{ mL}$ .

$$\begin{aligned} \mu (V_{T1}) &= \sqrt{\mu(k)^2 + \mu (T)^2} \quad (13) \\ &= \sqrt{(0,0291)^2 + (0)^2} = 0,0291 \text{ mL} \end{aligned}$$

## 2. Ketidakpastian Baku Akibat Pengulangan Pengujian / Presisi Metode

Ketidakpastian baku presisi menggunakan ketidakpastian  $A$  yang didasarkan pada pengukuran eksperimental dengan melakukan pengulangan sebanyak 7 kali. Berdasarkan data verifikasi metode pengukuran kadar ALB dalam sampel CPO diperoleh hasil repeatabilitas metode dengan nilai  $SD=0,0505$ . Besarnya nilai ketidakpastian baku presisi diperoleh melalui persamaan 14.

$$\begin{aligned} \mu (k) &= \frac{SD}{\sqrt{n}} \quad (14) \\ &= \frac{0,0505}{\sqrt{7}} = 0,01908 \% \end{aligned}$$

### **Ketidakpastian Gabungan**

Nilai ketidakpastian gabungan yaitu penggabungan dari semua nilai estimasi ketidakpastian asal. Ketidakpastian gabungan pada penentuan ALB dalam CPO diperoleh dari persamaan 15.

$$\mu G = \sqrt{\frac{\mu \text{ presisi}}{\text{presisi}} + \frac{\mu P}{PKHP} + \frac{\mu \text{ mKHP}}{\text{mKHP}} + \frac{\mu \text{ mCPO}}{\text{mCPO}} + \frac{\mu \text{ MKHP}}{\text{MKHP}} + \frac{\mu \text{ VT1}}{\text{VT1}}} \quad (15)$$

**Tabel 4.9 ketidakpastian baku relatif penentuan ALB dalam CPO**

Sumber Ketidakpastian	Nilai X	Ketidakpastian Baku $\mu$ (X)	Ketidakpastian Baku Relatif $\mu$ (x)/X
Presisi	1	0,011873	0,011873
$P_{KHP}$	0,995	0,002887	0,002901
$m_{KHP}$	0,1012	0,000184	0,001817
$m_{CPO}$	5,0113 g	0,000184	0,000037
$M_{KHP}$	204,2212 g/mol	0,003748	0,000018
$V_{T1}$	5,16 mL	0,0291	0,00564
$C_{CPO}$	5,11%		

Berdasarkan persamaan 15 dan data dari Tabel 4.9 maka diperoleh nilai ketidakpastian gabungan yaitu sebesar 0,07%.

$$\begin{aligned} \frac{\mu_{CPO}}{CPO} &= \sqrt{(0,0119)^2 + (0,0029)^2 + (0,0018)^2 + (0,00003)^2 +} \\ &= \sqrt{(0,00002)^2 + (0,0056)^2} \\ &= 0,0136 \end{aligned}$$

$$\mu_{CPO} = CPO \times \frac{\mu_{CPO}}{CPO}$$

$$\begin{aligned} \mu_{CPO} &= 5,11\% \times 0,0136 \\ &= 0,07\% \end{aligned}$$

#### **Ketidakpastian Diperluas**

Ketidakpastian diperluas merupakan tahapan akhir dari suatu penentuan estimasi ketidakpastian yang dilakukan dengan cara mengkalikan nilai ketidakpastian gabungan dengan faktor cakupan. Besarnya nilai faktor cakupan yang akan digunakan tergantung pada tingkat kepercayaan. Estimasi ketidakpastian pada penelitian ini menggunakan tingkat kepercayaan 95% maka

nilai faktor cakupan sebesar 2. Berdasarkan persamaan 16 besarnya ketidakpastian diperluas sebesar 0,14%.

$$\begin{aligned}U_{CPO} &= 2 \times \mu_{CPO} && (16) \\ &= 2 \times 0,07 \% \\ &= 0,14 \%\end{aligned}$$



## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **Kesimpulan**

Berdasarkan pengujian yang telah dilakukan di Balai Laboratorium Bea dan Cukai Kelas 1 Jakarta dapat disimpulkan bahwa :

1. Nilai kadar asam lemak bebas (ALB) pada sampel *Crude Palm Oil* (CPO) menggunakan Autotitrator sebesar 5,11%.
2. Nilai akurasi dalam % *trueness*, presisi dalam repeatabilitas, dan nilai estimasi ketidakpastian pada verifikasi metode penentuan kadar asam lemak bebas (ALB) dalam *Crude Palm Oil* (CPO) menggunakan Autotitrator diperoleh hasil sebesar 100,09%, 0,9879, dan  $5,11 \pm 0,14\%$ .

#### **Saran**

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan di Balai Laboratorium Bea dan Cukai, maka penulis menyarankan perlu dilakukan penambahan variabel pengujian yang juga diikuti dengan melakukan validasi metode. Selain itu perlu dilakukan pengecekan kembali mengenai sumber-sumber yang merupakan ketidakpastian asal yang bisa menjadi penyumbang ketidakpastian.

## DAFTAR PUSTAKA

- Almatsier, S. 2004. *Prinsip Dasar Ilmu Gizi*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama. Hal 58-72.
- Anonim. 2010. *Analisis mutu kimia pangan, supervisor jaminan mutu pangan*. Jurusan teknologi pangan dan gizi. Fakultas pertanian. IPB. Tidak diterbitkan
- AOAC. 2012. *Official Methods of Analysis of AOAC International (19<sup>th</sup>ed)*. Maryland, MD : AOAC International Press.
- Azanul Pamani. 2014. *Pengaruh Waktu Sulfonasi dalam Pembuatan Surfaktan MES (Methyl Ester Sulfonate) Berbasis Minyak Kelapa Sawit Kasar*. Palembang : Politeknik Negeri Sriwijaya.
- Badan standardisasi Nasional. 2006. *Minyak kelapa sawit mentah atau Crude Palm Oil (CPO) : SNI 01-2901-2006*. Jakarta : BSN
- Badan Statistik Indonesia. 2018. *Statistik Kelapa sawit indonesia catalog 5504003*. Jakarta : BPS
- BSN. 2006. *Cara uji air minum dalam kemasan*. Jakarta : BSN
- Candra Wiguna. 2014. diakses dari <http://www.candraawiguna.id/2014/01/mettler-toledo-autotitrator-titrasi.html>, pada tanggal 15 Mei 2020
- Chandra, A.D., dan Cordova, 2012, *Rancang Bangun Kontrol ph berbasis self turning PID melalui Metode Adaptive Control*. Jurnal Teknik Pomits 1(1)
- Country in 1000 MT. Palm oil Production. Diakses dari <https://www.indexmundi.com/agriculture/?commodity=palm-oil>, pada tanggal 7 April 2020
- Direktorat Jenderal Perkebunan Kementrian Pertanian. 2019. *Statistik perkebunan Indonesia 2015-2019*. Jakarta : Sekretariat Direktorat Jendral Perkebunan, Direktorat Jendral Perkebunan, Kementrian Pertanian
- Elis Irmawati. 2013. *Analisis Kadar Asam Lemak Bebas (ALB) pada Minyak yang digunakan oleh Pedagang Gorengan diseputaran Jalan Manek Roo Kecamatan Johan Pahlawan Kabupaten Aceh Barat*. Aceh : Universitas Teuku Umar
- Eurachem/Guide CG 4.2000. *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement* (Ellson, S. I., Rosslein, M., & Williams, A., Editor). UK

Departement of Trade and Industry as Part of The National Measurement system valid Analytical Measurement (VAM) Programme

- Fauzi, dan Yan. 2008. *Kelapa Sawit Halaman 1*. Jakarta : Penebar swadaya
- Harold McGee, 2004. *On Food and Cooking : The Science and Lore of the Kitchen*. ISBN 978-0--684-80001-1
- Hermita. 2004. *Metode Penetapan Kadar Meloxican dalam Draah Manusia In Vitro Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. Jurnal Program Sarjana Farmasi*. Jakarta : Departemen Farmasi FMIPA UI. Hal. 79-92
- Hilder MH. 1997. *Oil Storage and Transportation*. Dalam Gunstone FD, Padley FB (Eds). *Lipid Technologies and Application*. 199–222. Marcel Dekker Inc. New York.
- Ilmi, I.M.B., Khomsan, A., dan Marliyati, S.A. 2015. *Kualitas Minyak Goreng dan Produksi Gorengan Selama Penggorengan di Rumah Tangga Indonesia*. Jakarta : Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan. 4(2):61-65
- International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology. (2012). *Basic and General Concepts and Associated Terms, International Vocabulary of Metrology (VIM), OIML*
- Kementrian Perdagangan RI. 2015. *Peraturan Kementrian Perdagangan Republik Indonesia nomor 54/M-DAG/PER/7/2015 tentang verifikasi atau penelusuran teknis terhadap ekspor kelapa sawit, Crude Palm Oil (CPO)*. Jakarta : KEMENDAGRI RI
- Keteran. S.1986. *Minyak dan lemak pangan*. Cetakan ke 1. Jakarta : Universitas Indonesia Press
- Mulhaquddin 2014. *Validation Method*. Dipresentasikan pada diklat validasi metode, baristand industry ambon 10 13 Juni 2014
- Nina Yuniva.2010. *Analisa Mutu Crude Palm Oil (CPO) dengan Parameter kadar asam lemak bebas (ALB), Kadar air dan Kadar zat Pengotor di Pabrik Kelapa Sawit PT. Perkebunan Nusantara –V Tandun Kabupaten Kampar*. Pekanbaru : Universitas Islam Negeri Sultan Syarif Kasim Riau.
- Riyanto. 2014. *Validasi & Verifikasi Metode Uji*, edisi 1, cetakan keempat ; Deepublish, Yogyakarta
- Rohman, A. 2007. *Kerusakan Oksidatif pada Makanan*. Yogyakarta : Penenrbit Gadjah Mada University Press.

- Sa'dah, Eva, dan Ari surya winata. 2010. *Validasi metode pengujian logam tembaga pada produk air minum dalam kemasan secara spektrofotometri serapan atom nyala*. Biopropal industri 01 (02) : 31 37
- Supriyanto, C., dan Samin. 2007. *Unjuk kerja metode flame atomic absorption spectrometry (f AAS)*. pasca akreditasi. In Prosiding PPI PDIPTN, 246 50
- Teuku maimun, Nasrul Arahman, Fikriatul Arifah. 2017. *Penghambatan Peningkatan Kadar Asam Lemak Bebas (ALB) pada Buah Kelapa Sawit dengan Menggunakan Asap Cair*. Jurnal Teknologi dan Industri Pertanian Indonesia. Unsyiah.
- Wenclawiak, B., & Hadjicostas, E. 2010. *Validation of Analytical Methods to be fit for purpose. Quality Assurance in Analytical Chemistry* (pp. 215 245). Berlin Heidelberg : Springer
- Winarno F.G. 2004. *Kimia Pangan dan Gizi*. Jakarta : Gramedia Pustaka Utama.
- Yulia, 2010. *Validasi Metode, Diktat Validasi Metode*. Bandung : Pusat Penelitian Kimia-LIPI





# LAMPIRAN



## Lampiran 1. Standardisasi NaOH

### 1. Analisis 1

No	Bobot KHP (g)	Vol NaOH (mL)	N NaOH
1	0,1068	5,24	0,0998
2	0,1030	5,08	0,0993
<b>Rata-rata</b>		<b>5,16</b>	<b>0,0995</b>

$$N \text{ NaOH} = \frac{\text{massa KHP}}{V \text{ NaOH} \times \text{BE KHP}}$$

$$N \text{ NaOH} = \frac{106,8 \text{ mg}}{5,24 \text{ mL} \times 204,22} = 0,0998 \text{ N}$$

$$N \text{ NaOH} = \frac{103, \text{ mg}}{5,08 \text{ mL} \times 204,22} = 0,0993 \text{ N}$$

$$\text{Rata - rata} = \frac{(0,0998 + 0,0993) \text{ N}}{2} = 0,0995 \text{ N}$$

### 2. Analisis 2

No	Bobot KHP (g)	Vol NaOH (mL)	N NaOH
1	0,1007	4,96	0,0995
2	0,1000	4,94	0,0991
3	0,1028	5,08	0,0992
<b>Rata-rata</b>		<b>4,99</b>	<b>0,0992</b>

$$N \text{ NaOH} = \frac{\text{massa KHP}}{V \text{ NaOH} \times \text{BE KHP}}$$

$$N \text{ NaOH} = \frac{100,7 \text{ mg}}{4,96 \text{ mL} \times 204,22} = 0,0995 \text{ N}$$

$$N \text{ NaOH} = \frac{100 \text{ mg}}{4,94 \text{ mL} \times 204,22} = 0,0991 \text{ N}$$

$$N \text{ NaOH} = \frac{102,8 \text{ mg}}{5,08 \text{ mL} \times 204,22} = 0,0992 \text{ N}$$

$$\text{Rata - rata} = \frac{(0,0995 + 0,0991 + 0,0992) \text{ N}}{3} = 0,0992 \text{ N}$$

## Lampiran 2. Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas

### 1. Analisis 1

Ulangan Ke-	Bobot Contoh Uji (w) (g)	Volume Larutan Titar (V) (mL)	Normalitas (N)	% ALB
1	5,0066	10,0069	0,0995	5,09
2	5,0091	9,9297	0,0995	5,05
3	5,0072	10,0275	0,0995	5,10
4	5,0041	9,9498	0,0995	5,06
5	5,0066	10,1387	0,0995	5,16
6	5,0020	10,1507	0,0995	5,17
7	5,0067	10,1470	0,0995	5,16
<b>Rata-rata</b>				<b>5,11</b>

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times N \text{ NaOH} \times V \text{ titrasi}}{\text{massa sampel}}$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 10,0069 \text{ mL}}{5,0066 \text{ g}} = 5,09\%$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 9,9297 \text{ mL}}{5,0091 \text{ g}} = 5,05\%$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 10,0275 \text{ mL}}{5,0072 \text{ g}} = 5,10\%$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 9,9498 \text{ mL}}{5,0041 \text{ g}} = 5,06\%$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 10,1387 \text{ mL}}{5,0066 \text{ g}} = 5,16\%$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 10,1507 \text{ mL}}{5,0020 \text{ g}} = 5,17\%$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 10,1470 \text{ mL}}{5,0067 \text{ g}} = 5,16\%$$

$$\text{Rata - rata} = \frac{(5,09 + 5,05 + 5,10 + 5,06 + 5,16 + 5,17 + 5,16)\%}{7} = 5,11\%$$

2. Analisis 2

Ulangan Ke-	Bobot Contoh Uji (w) (g)	Volume Larutan Titar (V) (mL)	Normalitas (N)	% ALB
1	5,0120	10,1818	0,0992	5,16
2	5,0188	10,1984	0,0992	5,16
3	5,0055	10,02	0,0992	5,08
4	5,0057	10,1802	0,0992	5,16
5	5,0004	10,1494	0,0992	5,15
6	5,0174	10,1424	0,0992	5,13
7	5,0196	10,0927	0,0992	5,11
<b>Rata-rata</b>				<b>5,14</b>

$$\% \text{ FFA} = \frac{25,6 \times N \text{ NaOH} \times V \text{ titrasi}}{\text{massa sampel}}$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 10,1818 \text{ mL}}{5,0120 \text{ g}} = 5,16\%$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 10,1984 \text{ mL}}{5,0188 \text{ g}} = 5,16\%$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 10,0200 \text{ mL}}{5,0055 \text{ g}} = 5,08\%$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 10,1802 \text{ mL}}{5,0057 \text{ g}} = 5,16\%$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 10,1494 \text{ mL}}{5,0004 \text{ g}} = 5,15\%$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 10,1424 \text{ mL}}{5,0174 \text{ g}} = 5,13\%$$

$$\% \text{ ALB} = \frac{25,6 \times 0,0995 \text{ N} \times 10,0927 \text{ mL}}{5,0196 \text{ g}} = 5,11\%$$

$$\text{Rata - rata} = \frac{(5,16 + 5,16 + 5,08 + 5,16 + 5,15 + 5,13 + 5,11)\%}{7} = 5,14\%$$

### Lampiran 3. Penentuan Presisi

#### 1. Repeatabilitas

Ulangan Ke-	Bobot Contoh Uji (w) (g)	Volume Larutan Titar (V) (mL)	Normalitas (N)	% ALB	$\bar{x}$	$(\bar{x}-x)^2$
1	5,0066	10,0069	0,0995	5,09	-0,02	0,000467
2	5,0091	9,9297	0,0995	5,05	-0,06	0,004021
3	5,0072	10,0275	0,0995	5,10	-0,01	0,000138
4	5,0041	9,9498	0,0995	5,06	-0,05	0,00299
5	5,0066	10,1387	0,0995	5,16	0,05	0,002068
6	5,0020	10,1507	0,0995	5,17	0,06	0,003174
7	5,0067	10,1470	0,0995	5,16	0,05	0,00246
<b>Jumlah</b>				35,80		0,015318
<b>Rata-rata</b>				5,11		
<b>SD</b>				0,0505		
<b>% RSD</b>				0,9879		
<b>CV HORWITZ</b>				3,1288		
<b>2/3 CV HORWITZ</b>				2,0858		
<b>Syarat Presisi : %RSD &lt; 2/3 CV HORWITZ</b>						

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,015318}{6}} = 0,0505$$

$$\% RSD = \frac{SD}{\bar{x}}$$

$$= \frac{0,0505}{5,11}$$

$$= 0,9879$$

$$CV HORWITZ$$

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

$$= 2^{(1-0,5 \log 0,0511)}$$

$$= 3,1288$$

$$\frac{2}{3} CV HORWITZ$$

$$= \frac{2}{3} \times CV HORWITZ$$

$$= \frac{2}{3} \times 3,1288 = 2,0855$$

2. Reprodusibilitas

Ulangan Ke-	Bobot Contoh Uji (w) (g)	Volume Larutan Titar (V) (mL)	Normalitas (N)	% ALB	$\bar{x}$	$(x-\bar{x})^2$
1	5,0120	10,1818	0,0992	5,16	0,02	0,000466
2	5,0188	10,1984	0,0992	5,16	0,02	0,000529
3	5,0055	10,02	0,0992	5,08	-0,05	0,002894
4	5,0057	10,1802	0,0992	5,16	0,03	0,000744
5	5,0004	10,1494	0,0992	5,15	0,02	0,000293
6	5,0174	10,1424	0,0992	5,13	0,00	1,52E-05
7	5,0196	10,0927	0,0992	5,11	-0,03	0,000979
<b>Jumlah</b>				35,95		0,005921
<b>Rata-rata</b>				5,14		
<b>SD</b>				0,0314		
<b>% RSD</b>				0,6115		
<b>CV HORWITZ</b>				3,1267		
<b>2/3 CV HORWITZ</b>				2,0844		
<b>Syarat Presisi : %RSD &lt; 2/3 CV HORWITZ</b>						

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,005921}{6}} = 0,0314$$

$$\% RSD = \frac{SD}{\bar{x}}$$

$$\% RSD = \frac{0,0314}{5,14} = 0,6115$$

$$CV \text{ HORWITZ} = 2^{(1 - (0,5 \log C))}$$

$$= 2^{(1 - (0,5 \log 0,0514))}$$

$$= 3,1267$$

$$\frac{2}{3} CV \text{ HORWITZ} = \frac{2}{3} \times CV \text{ HORWITZ}$$

$$= \frac{2}{3} \times 3,1267 = 2,0844$$

#### Lampiran 4 Penentuan Akurasi

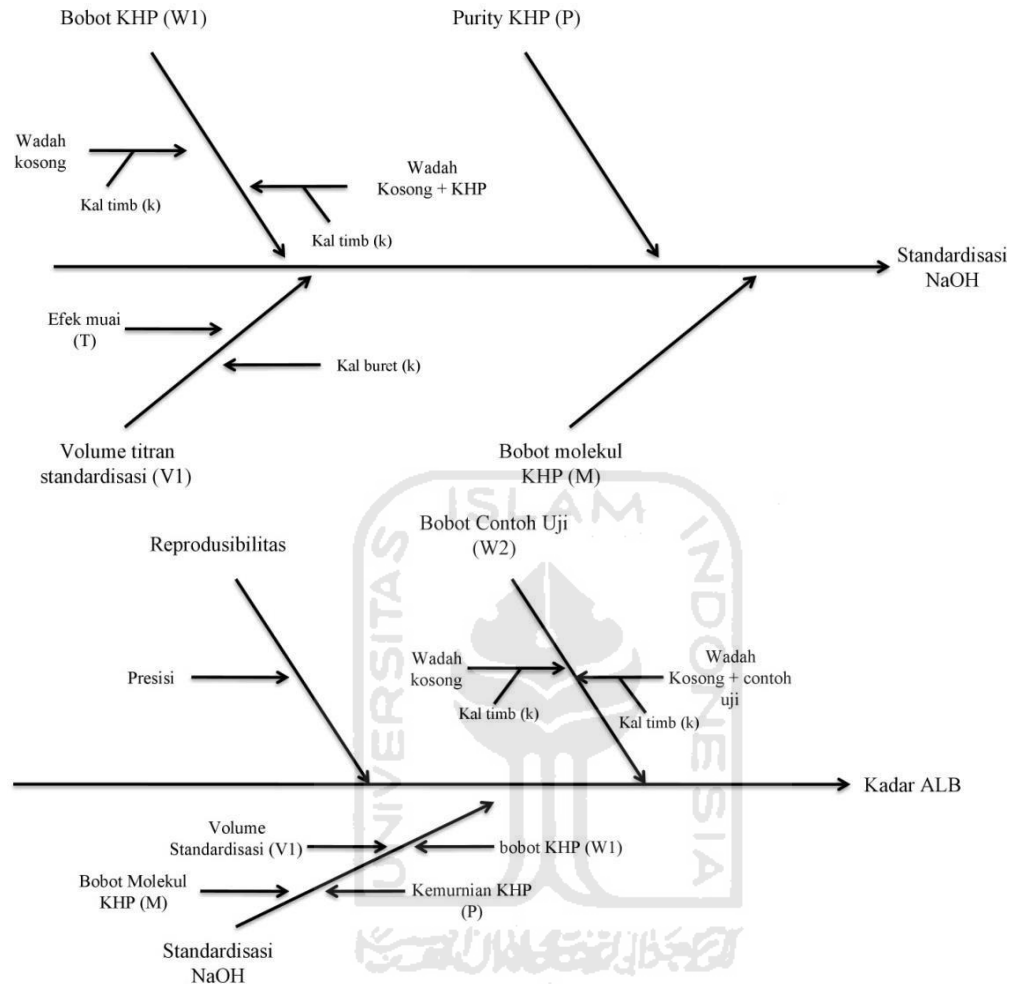
Analisis	Rata rata pengukuran % ALB
1	5,11
2	5,14
Rata rata	5,125
<i>Reference Standard</i>	5,12
<i>Trueness (%)</i>	100,09

$$\begin{aligned} \% \text{ Trueness} &= \frac{\bar{x}}{\text{Reference Standard}} \times 100 \% \\ &= \frac{5,125 \%}{5,12 \%} \times 100 \% = 100,09\% \end{aligned}$$



## Lampiran 5 Estimasi Ketidakpastian

### 1. Diagram Tulang Ikan



### 2. Daftar Alat yang digunakan serta nilai ketidakpastian yang berasal dari sertifikat

No	Nama Alat	No Kalibrasi	Ketidakpastian (U95)	
			Nilai ketidakpastian	k
1	Analytical Balance	k.1.8.5	$\pm 0,26$ mg	2
2	Thermohyrometer	K.6.1.5	$\pm 0,1$ C	2,007

### 3. Formula yang digunakan dalam penentuan estimasi ketidakpastian

Simbol	Keterangan	Nilai	Satuan
$m_{KHP}$	Massa (berat) KHP	0,1012	g
$m_{CPO}$	Massa (berat) CPO	50,113	G
$P_{KHP}$	Purity KHP	0,995	
$V_{T1}$	V NaOH untuk titrasi KHP	4,993	mL
$M_{KHP}$	Massa molar KHP	2,042,212	g/mol
$C_{NaOH}$	Konsentrasi NaOH dalam sampel	0	mol/L



#### 4. Ketidakpastian Baku

Ketidakpastian Baku Pengukuran Standardisasi Larutan Natrium Hidroksida (NaOH)

Ketidakpastian Baku Asal Kemurnian Kalium Hidrogen Phtalat (C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>KO<sub>4</sub>)

$$\begin{aligned}\mu (\text{PKHP}) &= \frac{0,005}{\sqrt{3}} \\ &= 0,002887\end{aligned}$$

Ketidakpastian Baku Akibat Analytical Balance (K.1.8.6)

$$\begin{aligned}\mu (k) &= \frac{u}{k} \\ &= \frac{0,26 \text{ mg}}{2} = 0,13 \text{ mg} = 0,00013 \text{ g}\end{aligned}$$

Ketidakpastian baku berasal dari massa wadah kosong dan wadah berisi KHP

(m<sub>wadah kosong</sub>)

$$m_{\text{wadah kosong}} = \mu (m_{\text{wadah}} + \text{KHP}) = 0,00013 \text{ g}$$

Ketidakpastian baku akibat masa KHP  $\mu (m_{\text{KHP}})$

$$\begin{aligned}\mu (m_{\text{KHP}}) &= \sqrt{\mu (k)^2 + \mu (m_{\text{wadah kosong}})^2} \\ &= \sqrt{(0,00013)^2 + (0,00013)^2} \\ &= 0,000184 \text{ g}\end{aligned}$$

Ketidakpastian Baku Akibat Autotitrator

Ketidakpastian baku akibat Autotitrator berasal dari ketidakpastian kalibrasi  $\mu (k)$

$$\begin{aligned}\mu (k) &= \frac{s}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{0,0505 \text{ mL}}{\sqrt{3}} = 0,0291 \text{ mL}\end{aligned}$$

Ketidakpastian baku akibat Autotitrator berasal dari ketidakpastian efek temperatur

$\mu (T)$

$$\begin{aligned}\mu (k) &= \frac{\Delta T}{2} \times \alpha \times V \\ &= \frac{0^\circ}{2} \times 2,1 \times 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1} \times 5,16 \text{ mL} = 0 \text{ mL}\end{aligned}$$

Ketidakpastian baku akibat Autotitrator  $\mu (V_{T1})$

$$\begin{aligned}\mu (V_{T1}) &= \sqrt{\mu(k)^2 + \mu(T)^2} \\ &= \sqrt{(0,0291)^2 + (0)^2} = 0,0291 \text{ mL}\end{aligned}$$

Ketidakpastian Baku Akibat Asal Bias Titik akhir

Ketidakpastian baku asal bias penentuan titik akhir titrasi oleh sistem autotitrator dapat diabaikan.

Ketidakpastian Baku Asal Massa Molar Kalium Hidrogen Phtalat ( $C_8H_5KO_4$ )

Unsur	Berat Atom (g)	Ketidakpastian (g)	Ketidakpastian Baku (g)
8C	12,0107	$\pm 0,0008$	$8 \times 0,00046 = 0,003680$
5H	1,00794	$\pm 0,00007$	$5 \times 0,000040 = 0,00020$
1K	39,0983	$\pm 0,0001$	$1 \times 0,000058 = 0,000058$
4O	15,9994	$\pm 0,0003$	$4 \times 0,00017 = 0,000680$

$$\begin{aligned}M_{KHP} &= 8(12,0107) + 5(1,00794) + 1(39,0983) + 4(15,9994) \\ &= 204,2212 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu (M_{KHP}) &= \sqrt{\mu(8C)^2 + \mu(5H)^2 + \mu(K)^2 + \mu(4O)^2} \\ &= \sqrt{(0,003680)^2 + (0,00020)^2 + (0,000058)^2 + (0,00680)^2} \\ &= 0,003748 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

## 5. Ketidakpastian Baku Pengukuran Kadar ALB pada CPO

Ketidakpastian baku akibat Analytical Balance (K.1.8.5)

$$\begin{aligned}\mu (k) &= \frac{u}{k} \\ &= \frac{0,26 \text{ mg}}{2} = 0,13 \text{ mg} = 0,00013 \text{ g}\end{aligned}$$

Ketidakpastian baku berasal dari massa wadah kosong dan wadah berisi CPO  $\mu$

( $m_{\text{wadah kosong}}$ )

$$m_{\text{wadah kosong}} = \mu (m_{\text{wadah}} + \text{CPO}) = 0,00013 \text{ g}$$

Ketidakpastian baku akibat masa CPO  $\mu (m_{\text{CPO}})$

$$\mu (m_{\text{CPO}}) = \sqrt{\mu(k)^2 + \mu(m_{\text{wadah kosong}})^2}$$

$$= \sqrt{(0,00013)^2 + (0,00013)^2}$$

$$= 0,000184 \text{ g}$$

Ketidakpastian Baku Akibat Autotitrator

Ketidakpastian baku akibat Autotitrator berasal dari ketidakpastian kalibrasi  $\mu$  (k)

$$\mu(k) = \frac{s}{\sqrt{3}}$$

$$= \frac{0,0505 \text{ mL}}{\sqrt{3}} = 0,0291 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku akibat Autotitrator berasal dari ketidakpastian efek temperatur

$\mu$  (T)

$$\mu(k) = \frac{\Delta T}{2} \times \alpha \times V$$

$$= \frac{0^\circ}{2} \times 2,1 \times 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1} \times 10,05 \text{ mL} = 0 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku akibat Autotitrator  $\mu$  ( $V_{T2}$ )

$$\mu(V_{T1}) = \sqrt{\mu(k)^2 + \mu(T)^2}$$

$$= \sqrt{(0,0291)^2 + (0)^2} = 0,0291 \text{ mL}$$

#### 6. Ketidakpastian Baku Akibat Pengulangan Pengujian / Presisi Metode

Berdasarkan data verifikasi metode pengukuran kadar ALB dalam sampel CPO diperoleh data repeatabilitas metode 0,0505 (sebesar SD)

Hasil presisi untuk repeatabilitas

Ulangan Ke-	Bobot Contoh Uji (w) (g)	Volume Larutan Titar (V) (mL)	Normalitas (N)	% FFA
1	5,0066	10,0069	0,0995	5,09
2	5,0091	9,9297	0,0995	5,05
3	5,0072	10,0275	0,0995	5,10
4	5,0041	9,9498	0,0995	5,06
5	5,0066	10,1387	0,0995	5,16
6	5,0020	10,1507	0,0995	5,17
7	5,0067	10,1470	0,0995	5,16
<b>Rata-rata</b>				5,11
<b>SD</b>				0,0505

<b>% RSD</b>	0,9879
<b>CV HORWITZ</b>	3,1288
<b><u>2/3 CV HORWITZ</u></b>	<u>2.0858</u>

Karena nilai SD sebesar 0,0505 maka nilai ketidakpastian presisi  $\mu$  presisi

$$\begin{aligned}\mu(k) &= \frac{SD}{\sqrt{n}} \\ &= \frac{0,0505}{\sqrt{7}} = 0,01908 \%\end{aligned}$$

### 7. Ketidakpastian Gabungan

Sumber Ketidakpastian	Nilai X	Ketidakpastian Baku $\mu$ (X)	Ketidakpastian Baku Relatif $\mu$ (x)/X
Presisi	5,11 %	0,011873	0,002323
$P_{KHP}$	0,995	0,002887	0,002901
$m_{KHP}$	0,1012	0,000184	0,001817
$m_{CPO}$	5,0113 g	0,000184	0,000037
$M_{KHP}$	204,2212 g/mol	0,003748	0,000018
$V_{T1}$	5,16 mL	0,0291	0,00564
$V_{T2}$	10,0500 mL	0,0291	0,00289
$C_{CPO}$	5,11 %		

$$\mu_G = \sqrt{\frac{\mu \text{ presisi}}{\text{presisi}} + \frac{\mu P}{P_{KHP}} + \frac{\mu m_{KHP}}{m_{KHP}} + \frac{\mu m_{CPO}}{m_{CPO}} + \frac{\mu M_{KHP}}{M_{KHP}} + \frac{\mu V_{T1}}{V_{T1}} + \frac{\mu V_{T2}}{V_{T2}}} \quad (15)$$

$$\begin{aligned}\frac{\mu_{CPO}}{CPO} &= \sqrt{(0,0119)^2 + (0,0029)^2 + (0,0018)^2 + (0,00003)^2 +} \\ &= \sqrt{(0,00002)^2 + (0,0056)^2} \\ &= 0,0136\end{aligned}$$

$$\mu \text{ CPO} = \text{CPO} \times \frac{\mu \text{CPO}}{\text{CPO}}$$

$$\mu \text{ CPO} = 5,11 \% \times 0,0136$$

$$= 0,07 \%$$

**8. Ketidakpastian diperluas**

$$U \text{ CPO} = 2 \times \mu \text{ CPO}$$

$$= 2 \times 0,04 \%$$

$$= 0,14 \%$$



## Lampiran 6. Daftar Sertifikat Kalibrasi Alat

### 1) Sertifikat Neraca Analitik

K.18.5



**KEMENTERIAN  
PERTAGANGAN**  
REPUBLIK INDONESIA  
MINISTRY OF TRADE

**DIREKTORAT JENDERAL PERLINDUNGAN KONSUMEN DAN TERTIB NIAGA**  
*Directorate General of Consumer Protection and Trade Order*  
**DIREKTORAT STANDARDISASI DAN PENGENDALIAN MUTU**  
*Directorate of Standardization and Quality Control*  
**BALAI KALIBRASI**  
*Calibration Laboratory*  
J. Raya Bogor Km. 26 Cikokol - Depok Timur 17190  
Telp : (021) 8722960, 871021-8. Fax : (021) 8702751



**KAN**  
Korea Accredited National  
Laboratories  
LK 000 IDN

---

## SERTIFIKAT KALIBRASI

### CALIBRATION CERTIFICATE

**Nomor Seri : 19.04560A**  
Hal 1 dari 2  
Page 1 of 2

**IDENTITAS ALAT**  
*Instrument Identity*

Nama : ELECTRONIC ANALYTICAL BALANCE  
*Name*

Merk Pabrik : SHIMADZU  
*Manufacturer*

Tipe / Nomor Seri : AUW220 / D449225212  
*Type / Serial Number*

Kapasitas / Ketelitian : Kapasitas : 220 g  
Kelelitian : 0.0001 g  
*Capacity / Resolution*

**IDENTITAS PEMILIK**  
*Owner Identity*

Nama : BALAI LABORATORIUM BEA DAN CUKAI KELAS I JAKARTA  
*Name*

Alamat : JL. LETNAN JENDERAL SUPRAPTO NO. 68, JAKARTA  
PUSAT, DKI JAKARTA, 10520  
*Address*

**IDENTITAS STANDAR**  
*Reference Identity*

Nama : WEIGHT SET  
*Name*

Keterelusuran : P2M LIPI  
*Traceability*



Diterbitkan Tanggal : 12 Juni 2019  
*Date of Issue*

**Kepala Balai Kalibrasi**  
*Head of Calibration Laboratory*  
u.b.  
**Kepala Seksi Pelayanan Teknis**  
*Head of Technical Services Section*



**Tarmizi A. Tasir, S.Si, M.M**  
NIP. 19680101 199103 1 010

---

Sertifikat atau laporan ini dilarang diperbanyak kecuali atas persetujuan tertulis dari Laboratorium Kalibrasi Direktorat Standardisasi dan Pengendalian Mutu  
*This Certificate or report shall not be reproduced without the written approval from Calibration Laboratory Directorate of Standardization and Quality Control*

**No. Seri: 19.04560 A**  
Hal 2 dari 2

NAMA ALAT : ELECTRONIC ANALYTICAL BALANCE  
 TEMPAT KALIBRASI : BALAI LABORATORIUM BEA DAN CUKAI KELAS I JAKARTA  
 TANGGAL KALIBRASI : 27 MEI 2019  
 PETUGAS KALIBRASI : ACEP AR  
 SUHU RUANGAN : 22.7 ± 0.5 °C  
 KELEMBABAN : 59.0 ± 1.0 %RH

**HASIL KALIBRASI**

**1. REPEATABILITY TEST**

LOAD (g)	STANDARD DEV. (g)	MAX DIFF (g)
100	0.00000	0.0000
200	0.00000	0.0000

**3. OFF-CENTER LOADING**

POSITION	READING (g)	MAX. DIFF (g)
CENTER	100.0698	0.0005
FRONT	100.0698	
BACK	100.0698	
LEFT	100.0697	
RIGHT	100.0701	

**2. DEPARTURE FROM NOMINAL VALUE**

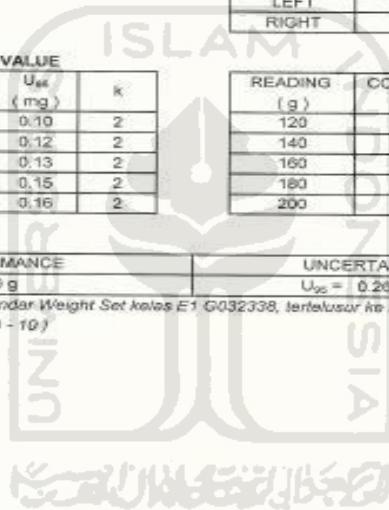
READING (g)	CORRECTION (g)	U <sub>95</sub> (mg)	k
20	-0.01407	0.10	2
40	-0.02823	0.12	2
60	-0.04215	0.13	2
80	-0.05613	0.15	2
100	-0.06953	0.16	2

READING (g)	CORRECTION (g)	U <sub>95</sub> (mg)	k
120	-0.08389	0.18	2
140	-0.09783	0.21	2
160	-0.11201	0.23	2
180	-0.12597	0.26	2
200	-0.13978	0.26	2

**4. CONCLUSION**

LIMIT OF PERFORMANCE	UNCERTAINTY OF WEIGHING
LP = ± 0.1400 g	U <sub>95</sub> = 0.26 mg (k = 2)

Alat tersebut dikalibrasi dengan Standar Weight Set kelas E1 G032338, tertelusur ke SI melalui P2M LIPY  
 Metode kalibrasi: IKM - 02 (CSIRO - 10)



## 2) Sertifikat Oven

KTT-8

**LABORATORIUM KALIBRASI  
PT. MUTUAGUNG LESTARI**

Jl. Raya Bogor KM 35.5 No. 19 Cimanggis Depok 16953 - Indonesia  
Telp. (021) 7511888 Fax. (021) 7511888-43  
www.mutuagunglestari.com

### SERTIFIKAT KALIBRASI

**CERTIFICATE OF CALIBRATION**  
MAL 19082889

<b>IDENTITAS ALAT / Instrument Identification</b>	
Nama alat / Equipment Name	: OVEN
Merek Pabrik / Manufacture	: MEMMERT
Tipe / Type	: UNE 500
Nomor Seri / Serial Number	: C5120300
Nomor Alat / Equipment Number	: 3
Rentang Ukur / Range	: ( 20 ~ 220 ) °C
Resolusi / Resolution	: 0.5 °C
<b>IDENTITAS PEMILIK / Owner Identification</b>	
Nama Perusahaan / Company Name	: BALAI LABORATORIUM BEA DAN CUKAI KELAS I JAKARTA
Alamat / Address	: JL. LETNAN JENDERAL SUPRAPTO NO. 66 JAKARTA 10520
Nomor Order / Order Number	: W-0296
<b>KONDISI PENGUKURAN / Test Conditions</b>	
Tanggal Terima / Date of Receive	: -
Tanggal Kalibrasi / Date Calibrated	: 13 AGUSTUS 2019
Tempat Kalibrasi / Place Calibrated	: BLBC KELAS I JAKARTA
Suhu / Temperature	: ( 30.3 ± 0.7 ) °C
Kelembaban / Humidity	: ( 45.9 ± 2.7 ) %RH

Halaman 1 dari 2  
Page 1 of 2  
Diterbitkan tanggal, 26 Agustus 2019  
Date of issue

Laboratorium Kalibrasi  
Mutuagung Lestari



Ditengah kerja mengata/mempertajasi dan/atau memperhaluskan sebagian isi Sertifikat ini hanya jika terdapat dari Laboratorium Kalibrasi Mutuagung Lestari  
Sertifikat ini sah bila tidak dibubuhi cap Laboratorium PT Mutuagung Lestari





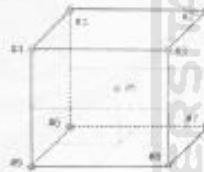
**LABORATORIUM KALIBRASI  
PT. MUTUAGUNG LESTARI**

Jl. Raya Bogor KM.33,5 No.19 Cimanggis Depok 16952 - Indonesia  
Telp. : (82-21) 8740202, Fax. : (82-21) 87740745 - 40  
e-mail : calibrasi@mutuacertification.com

Nama Alat : Oven Memmert MAL 19082889  
Tgl Kalibrasi : 13 Agustus 2019 Nomor Order : W - 0298  
Tempat kalibrasi : Blbc Kelas 1 Jakarta Halaman : 2 dari 2

**HASIL KALIBRASI**

Set Point (°C)	Alat (°C)	Penunjukan Standar (°C)								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
105.0	105.0	105.2	104.7	105.4	105.6	105.3	104.5	105.0	105.3	105.6
		Variasi spasial						1.1 °C		
		Variasi temporal						0.2 °C		
		Variasi Overall						1.3 °C		
120.0	120.0	119.4	119.0	120.1	120.7	119.2	119.0	119.4	120.2	120.7
		Variasi spasial						1.7 °C		
		Variasi temporal						0.3 °C		
		Variasi Overall						1.9 °C		



Ketidakpastian pengukuran (TK: 95%) :  $\pm 1.6$  °C  
 Alat standar untuk kalibrasi : Temperature Calibrator Fluke 724 No. Seri : 3058006 & Thermocouple Type K No. Seri : TCCH 10196 P  
 Metoda : AS 2953 - 1986  
 Hasil kalibrasi yang dilaporkan telah disesuaikan ke satuan pengukuran SI melalui Badan Kalibrasi Nasional : PUSLIT KIM - LIPI  
 Alat standar : Digital Multimeter Merk : Keysight Technologies Tipe : W34401 No. Seri : MY53010340 & SSPRT Pt-100 Merk : Isotech No. Seri : 935-14-16  
 No. Sertifikat : S. 053936 & S. 054121

Untuk informasi teknis dapat menghubungi Laboratorium Kalibrasi Mutuagung Lestari



Ketidakpastian yang dilaporkan adalah ketidakpastian bentangan Dengan tingkat kepercayaan 95%, dan faktor cakupan = 2

## Lampiran 7. Hasil Uji Banding/Profisiensi

DIREKTORAT JENDERAL BEA DAN CUKAI  
BALAI LABORATORIUM BEA DAN CUKAI KELAS I JAKARTA

### LAPORAN PENGENDALIAN MUTU PENGUJIAN DALAM RANGKA UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM Nomor: LAP-1383/WBC.08/BLBC.03/2019

Halaman 1 dari 3

Nama/Nomor Metode : Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas dalam *Crude Palm Oil* (CPO) (ICEL 1500 M02 / SNI 01-2901-2006 butir 5.4)  
Kegiatan : Uji Banding Antar Laboratorium Pengendalian Mutu *Crude Palm Oil* (CPO)  
Tanggal : 18 Desember 2019

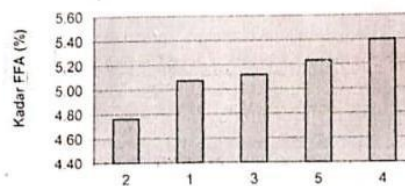
Dari hasil pengujian penentuan Kadar Asam Lemak Bebas dalam *Crude Palm Oil* (CPO) yang dilakukan oleh Balai Laboratorium Bea dan Cukai Kelas I Jakarta, Balai Laboratorium Bea dan Cukai Kelas II Surabaya, Balai Laboratorium Bea dan Cukai Kelas II Medan, PT. Saraswanti Indo Genetech, dan MBRIO Food Laboratory diperoleh data sebagai berikut:

No.	Laboratorium	Kadar FFA (%)
1	BLBC Jakarta	5,07
2	Lab A	4,76
3	Lab B	5,12
4	Lab C	5,40
5	Lab D	5,23
	Rata-rata	5,12
	SD	0,2359
	%RSD	4,6102
	CV Horwitz	3,1286

Berdasarkan hasil pengujian tersebut dapat diketahui bahwa pada penentuan Kadar Asam Lemak Bebas dalam *Crude Palm Oil* (CPO) tidak memiliki inter reproduibilitas yang baik (%RSD>CV Horwitz) sehingga perlu dilakukan pengolahan data secara statistika yaitu Uji t untuk mengetahui apakah nilai yang dihasilkan oleh Laboratorium BLBC Jakarta berbeda secara signifikan atau tidak berbeda secara signifikan dengan laboratorium lain.

**Kadar Asam Lemak Bebas dalam Minyak Kelapa Sawit Mentah/ *Crude Palm Oil* (CPO)**  
Tabel berikut ini berisi data yang telah diurutkan dari yang terkecil hingga terbesar.

Data	Kadar FFA (%)
2	4,76
1	5,07
3	5,12
5	5,23
4	5,40
Rata-rata	4,98
Standar deviasi (S)	0,1950



Uji Dixon

$$D_{3-7 \text{ terendah}} = \frac{X_1 - X_i}{X_n - X_1}$$

No. Form : 37/LBC/FR/MM  
Revisi : 01\_16/01/19

LAPORAN PENGENDALIAN MUTU PENGUJIAN  
DALAM RANGKA UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM  
Nomor: LAP-1383/WBC.08/BLBC.03/2019

Halaman 2 dari 3

$$= \frac{5,07 - 4,76}{5,40 - 4,76}$$

$$= 0,484$$

$$D_{\text{tabel } n=5} = 0,710$$

Karena  $D_{3-7 \text{ terendah}} < D_{\text{tabel}}$ , maka data no.2 tidak outlier dan tidak perlu dibuang

$$\rightarrow D_{3-7 \text{ tertinggi}} = \frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_1}$$

$$= \frac{5,40 - 5,23}{5,40 - 4,76}$$

$$= 0,266$$

$$D_{\text{tabel } n=5} = 0,710$$

Karena  $D_{3-7 \text{ tertinggi}} < D_{\text{tabel}}$ , maka data no.4 tidak outlier dan tidak perlu dibuang

Uji t:

Hasil Uji BLBC Jakarta (%)	Hasil Uji Lab Lain (%)
5,07	4,76
	5,12
	5,40
	5,23
Rata-rata	5,13
Standar deviasi	0,2707

Berdasarkan tabel t diketahui (0,05/2 ; n=4) adalah 2,77645.

$$T_{\text{hitung}} = \frac{\bar{x} - \mu_0}{s / \sqrt{n}}$$
$$= \frac{|5,07 - 5,13|}{0,2707 / \sqrt{4}}$$
$$= 0,4433$$

$T_{\text{hitung}} < T_{\text{tabel}}$ , maka dapat dikatakan Kadar Asam Lemak Bebas dalam *Crude Palm Oil* (CPO) yang dihasilkan oleh Lab. BLBC Jakarta tidak berbeda secara signifikan dengan yang dihasilkan oleh keempat Lab. lainnya.

**Kesimpulan :**

Berdasarkan hasil Uji t dapat disimpulkan bahwa hasil pengujian BLBC Jakarta pada Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas dalam *Crude Palm Oil* (CPO), hasil pengujian Laboratorium BLBC Jakarta tidak berbeda secara signifikan dengan hasil pengujian laboratorium lain.

No. Form : 37/LBC/FR/MM  
Revisi : 01\_16/01/19