

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENGUJIAN Fe PADA TEPUNG
TERIGU DENGAN VARIASI DESTRUKSI SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

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



Disusun Oleh :

Dina Dwi Permatasari

NIM : 17231033

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

HALAMAN JUDUL

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENGUJIAN Fe PADA TEPUNG TERIGU
DENGAN VARIASI DESTRUKSI SECARA SPEKTROFOTOMETRI
SERAPAN ATOM (SSA)**

**VALIDATION OF IRON TESTING METHOD IN WHEAT FLOUR
WITH DESTRUCTION VARIATION USING ATOM ABSORPTION
SPECTROPHOTOMETRY (AAS)**

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



Disusun Oleh :

Dina Dwi Permatasari

NIM : 17231033

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

2020

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENGUJIAN Fe PADA TEPUNG TERIGU
DENGAN VARIASI DESTRUKSI SECARA SPEKTROFOTOMETRI
SERAPAN ATOM (SSA)**

Dipersiapkan dan disusun Oleh :

Dina Dwi Permatasari

NIM : 17231033

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan

Program Studi DIII Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia

Pada tanggal 27 Agustus 2020

Menyetujui,

Ketua Program Studi

Pembimbing



Tri Esti Purbaningtias, M.Si
NIK. 132311102



Tri Esti Purbaningtias, M.Si
NIK. 132311102

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENGUJIAN Fe PADA TEPUNG TERIGU
DENGAN VARIASI DESTRUKSI SECARA SPEKTROFOTOMETRI
SERAPAN ATOM (SSA)**

Dipersiapkan dan disusun oleh :

Dina Dwi Permatasari

NIM : 17231033

Telah dipertahankan di dewan penguji pada tanggal 14 Agustus 2020

Susunan Tim Penguji

Pembimbing / Penguji



Tri Esti Purbaningtias, M.Si

NIK. 132311102

Penguji I



Muhaimin, M.Sc

NIK. 156141305

Penguji II



Kuntari, M.Sc

NIK. 162310401

Mengetahui,

Dekan Fakultas MIPA UII



Prof. Riyanto, Ph.D.

NIK. 006120101

HALAMAN PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak 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 mengizinkan sebagian pengutipan karya ini sebagai materi praktikum setelah penerbitan karya ini.

Yogyakarta, 10 Agustus 2020



Dina Dwi Permatasari

HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillahirrahmanirrahim

Alhamdulillahirabbil 'aalamiin... Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya serta telah memberikan kelancaran dan kemudahan dalam penyusunan tugas akhir ini, sehingga saya dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir ini.

Saya ucapkan terimakasih atas dukungan berbagai pihak sehingga laporan ini dapat selesai hingga akhir. Laporan Tugas Akhir ini saya persembahkan kepada...

Ibu dan bapak saya yang selalu memberikan dukungan, motivasi dan semangat yang luar biasa. Terutama untuk Ibuku yang selalu ada setiap saat ketika saya membutuhkan Ibu dalam keadaan apapun. Pengorbanan dan usaha ibu yang sangat banyak sampai tidak terhitung untuk dina, tanpa doa dari Ibu Dina bukan apa apa dan tidak akan bisa sampai sekarang ini.

Saudara-saudara ku yang selalu mendukung, memberi semangat, motivasi dan ilmu nya dari awal PKL sampai akhir penyusunan tugas akhir ini Bude Rindi, Mas Iwan, Mas Jovin, Mba Vina, Mba Ajeng, Mas Fendi, dan Mba Upik. Ponakan ku yang selalu menghibur disaat saya sedang pusing-pusing nya Mas sulthon, Mas Abrar, Dek Zafran, dan Dek Maryam. I Love You All...

Dosen-dosen DIII Analisis Kimia FMIPA UII yang telah memberikan banyak ilmu dan memberikan dukungan dari awal hingga saat ini. Terutama Ibu Tri Esti Purbaningtias, M.Si selaku dosen pembimbing PKL yang telah memberikan bimbingan dari awal penelitian hingga penyusunan tugas akhir ini tersusun dengan baik...

Keluarga besar Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri Semarang yang telah menerima saya untuk bisa PKL di Laboratorium BBT PPI Semarang. Terutama seluruh staff laboratorium aneka komoditi yaitu Bu cucu sebagai pembimbing PKL harian di Balai yang selalu membimbing dari awal masuk sampai penelitian selesai. Mba fia dan mas du yang selalu sabar membimbing tentang analisis logam berat, instrument ICP dan AAS yang selalu sabar ketika penelitian saya selalu gagal. Mas Estu, Mba Diah, Mba Syifa dan Mba Sikha yang selalu menghibur ketika sedang analisis bareng dan selalu mengajarkan apa yang belum pernah saya dapatkan...

Teman-teman ku Analisis Kimia angkatan 2017 yang sudah berjuang bersama dari awal sampai akhir. Banyak hal baru dan pengalaman yang bisa saya dapatkan bersama kalian selama berada di Analisis Kimia UII. Semoga kebersamaan kita dan silaturahmi kita tetap terjaga, tidak hanya di dunia tapi sampai di akhirat jugaa... sukses selalu teman teman ku...

Sahabat saya Ara, Farrel, Deny terimakasih Dina ucapkan atas dukungan, semangat, masukan, motivasi dari kalian, serta sudah menjadi tempat keluh kesah saya selama berteman dari SMP hingga sekarang masih bersama-sama. Terimakasih saya ucapkan kepada teman terdekat saya selama di Kampus Astie Nia, Anifa, Sita, Mba Indah, Angga, dan Maya telah banyak membantu saya selama kuliah sampai penyusunan Tugas Akhir, dan banyak memberi banyak hal yang lebih baik.. semoga silaturahmi kita tidak pernah putus....

Saya persembahkan tugas akhir ini yang saya lalui dengan perjuangan kerja keras selama ini untuk semua orang yang berada disekeliling saya yang selalu ada dalam keadaan apapun sampai saat ini...



KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Puji syukur bagi Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada saya sehingga dapat menyelesaikan Tugas Akhir dengan judul Validasi Metode Perbandingan Destruksi Kering dan Basah Terhadap Analisis Besi pada Tepung Terigu dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) di Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri Semarang ini dengan baik meski banyak kekurangan. Shalawat serta salam selalu semoga tercurah kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW, keluarga dan para sahabat beliau hingga akhir zaman.

Tugas akhir ini disusun sebagai laporan terakhir bagi mahasiswa Program Studi D III Analisis kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia untuk memperoleh derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si). Selama proses penyusunan Tugas Akhir ini, penyusun telah mendapatkan bantuan, arahan, dan bimbingan dari berbagai pihak. Demikian pada kesempatan ini saya mengucapkan terimakasih kepada :

1. Prof. Riyanto, Ph.D selaku Dekan FMIPA Universitas Islam Indonesia
2. Tri Esti Purbaningtias, S.Si, M.Si selaku Ketua Prodi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia dan selaku Dosen Pembimbing 1 PKL yang bersedia meluangkan tenaga, waktu, dan pikiran dalam membimbing penyusunan Laporan Tugas Akhir
3. Dr. Ali Murtopo Simbolon, ST., S.Si., MM. selaku Kepala Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri Semarang
4. Fajar selaku Kepala Laboratorium Aneka Komoditi BBTPPI Semarang dan Novembri Cucu Sektiani Agustin, S.T selaku pembimbing harian PKL
5. Seluruh Dosen, karyawan, dan Staf Prodi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
6. Seluruh karyawan Laboratorium BBTPPI Semarang yang telah banyak membantu selama pelaksanaan Praktik Kerja Lapangan
7. Teman-teman dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu, yang telah membantu baik selama proses PKL maupun dalam penyusunan tugas akhir.

Penyusun menyadari bahwa laporan tugas akhir ini masih jauh dari kata sempurna, oleh karena itu penyusun mengharapkan bimbingan dan saran untuk membangun demi terciptanya laporan yang baik untuk kedepannya. Semoga laporan tugas akhir ini bermanfaat bagi penyusun, pembaca, dan pihak yang terkait.

Wassalamu'alaikum wr.wb

Penulis

DAFTAR ISI

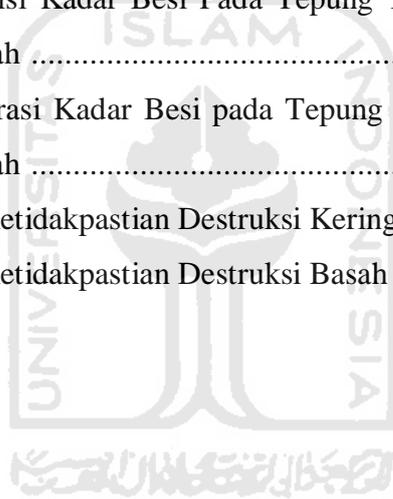
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan	3
1.4 Manfaat	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Sejarah Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri Semarang	5
2.2 Tepung Terigu	7
2.3 Besi	8
2.4 Metode Destruksi.....	9
2.5 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).....	10
2.6 Validasi Metode.....	12
2.6.1 Linieritas.....	13
2.6.2 <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of Quantitation</i> (LOQ).....	13
2.6.3 Presisi	14
2.6.4 Akurasi	16
2.6.5 Ketidakpastian Pengukuran	17
BAB III METODE PENELITIAN	19
3.1 Bahan	19
3.2 Alat.....	19
3.3 Cara Kerja	19
3.3.1 Persiapan Reagen	19

3.3.2	Validasi Metode.....	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		23
4.1	Penentuan Kadar Fe pada Tepung Terigu	23
4.1.1	Penentuan Kadar Fe pada Tepung Terigu dengan Destruksi Kering dan Destruksi Basah secara Spektrofotometer Serapan Atom.....	23
4.2	Validasi Metode.....	24
4.2.1	Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi Standar.....	24
4.2.2	Penentuan <i>Limit of Detection</i> dan <i>Limit of Quantitation</i>	25
4.2.3	Penentuan Presisi	26
4.2.4	Penentuan Akurasi	28
4.2.5	Estimasi Ketidakpastian Pengukuran	29
BAB V PENUTUP		36
5.1	Kesimpulan.....	36
5.2	Saran	36
DAFTAR PUSTAKA		38
LAMPIRAN		41



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Syarat Mutu Tepung Terigu sebagai Bahan Makanan	6
Tabel 2.2 Tingkat Presisi Berdasarkan Konsentrasi Analit.....	13
Tabel 2.3 Nilai % <i>Recovery</i> berdasarkan Nilai Konsentrasi Sampel.....	15
Tabel 4.1 Kadar Besi dalam Tepung Terigu dengan Destruksi Kering dan Basah secara Spektrofotometer Serapan Atom.....	23
Tabel 4.2 Konsentrasi dengan Absorbansi Larutan Deret Standar.....	24
Tabel 4.3 Penentuan <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of Quantitation</i> (LOQ)	26
Tabel 4.4 Penentuan Presisi Kadar Besi Pada Tepung Terigu Dengan Destruksi Kering dan Basah	27
Tabel 4.5 Penentuan Akurasi Kadar Besi pada Tepung Terigu dengan Destruksi Kering dan Basah	28
Tabel 4.6 Nilai Estimasi Ketidakpastian Destruksi Kering	33
Tabel 4.7 Nilai Estimasi Ketidakpastian Destruksi Basah	33



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Bagian Komponen Spektrofotometer Serapan Atom	10
Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fe	25
Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan	30
Gambar 4.3 Diagram Kontribusi Ketidakpastian Pengukuran pada Destruksi Kering	34
Gambar 4.4 Diagram Kontribusi Ketidakpastian Pengukuran pada Destruksi Basah	35



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Penentuan Kadar Besi dalam Tepung Terigu secara Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).....	38
Lampiran 2. Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi Standar	40
Lampiran 3. Penentuan <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of Quantitation</i> (LOQ).....	42
Lampiran 4. Penentuan Presisi	43
Lampiran 5. Penentuan Akurasi	43
Lampiran 6. Penentuan Estimasi Ketidakpastian	44



VALIDASI METODE PENGUJIAN Fe PADA TEPUNG TERIGU DENGAN VARIASI DESTRUKSI SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)

Dina Dwi Permatasari

Program Studi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan
Alam Universitas Islam Indonesia Jl. Kaliurang KM 14,5

17231033@students.uii.ac.id

INTISARI

Telah dilakukan penelitian validasi metode perbandingan destruksi kering dan basah terhadap analisis besi dalam tepung terigu yang ada di laboratorium Aneka Komoditi BBTPPI Semarang dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) yang bertujuan untuk mengetahui kadar besi dalam tepung terigu dengan destruksi yang berbeda secara Spektrofotometri Serapan Atom. Hasil dari penelitian ini di dapatkan rata-rata kadar besi dengan destruksi kering sebesar 20,3924 mg/Kg, sedangkan pada destruksi basah di dapatkan rata-rata kadar besi sebesar 64,2137 mg/Kg. Parameter validasi metode pengujian yang digunakan meliputi linearitas, *Limit of Detection & Limit of Quantitation*, batas kuantitasi, presisi, akurasi, dan ketidakpastian pengukuran. Hasil pengujian dari analisis logam Fe pada tepung terigu diperoleh nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,996 dengan persamaan linieritas $y = 0,0893X + 0,0183$; LOD dan LOQ sebesar 0,3954 mg/L dan 1,3179 mg/L. Nilai %RSD pada destruksi kering sebesar 1,4679%, akurasi pada destruksi kering sebesar 70,62%, dengan estimasi ketidakpastian sebesar 1,9843; sedangkan nilai %RSD pada destruksi basah sebesar 1,3653%; akurasi sebesar 100,08%; dengan estimasi ketidakpastian didapatkan sebesar 1,2627. Hasil dari penelitian validasi penentuan logam besi dalam tepung terigu yang telah dilakukan diperoleh metode destruksi basah sebagai metode yang baik dan efektif.

Kata kunci : Besi (Fe), Destruksi, Validasi Metode, Spektrofotometer Serapan Atom, Presisi, Akurasi, LOD, LOQ, Linearitas, Ketidakpastian Pengukuran.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kualitas makanan atau bahan pangan di alam tak lepas dari berbagai pengaruh seperti kondisi lingkungan dan pengolahan yang menjadikan layak atau tidaknya suatu makanan atau bahan pangan untuk dapat dikonsumsi. Berbagai macam bahan pencemar yang terkandung dalam makanan terkontaminasi oleh proses pengolahan, penyimpanan, polusi yang timbul dari beberapa faktor lingkungan sehingga banyak jenis makanan yang beredar di masyarakat tidak terjamin lagi keamanannya karena kontaminasi oleh bahan kimia atau senyawa kimia (Poedjiadi, 1994).

Hampir seluruh industri pangan menggunakan gandum dalam bentuk tepung. Penggilingan gandum menggunakan proses yang berbeda dengan penggilingan beras. Berbagai ragam tanaman sebagai sumber karbohidrat memungkinkan untuk dijadikan tepung karena penggunaannya lebih meluas dibandingkan dengan penyajian langsung dari produk tanaman tersebut. Selain itu, juga dapat meningkatkan nilai gizi produk yang dihasilkan. Usaha untuk meningkatkan nilai gizi dalam tepung gandum telah banyak dilakukan. Tepung gandum mempunyai kadar zat besi (Fe) didalam komposisi tepung gandum. Kadar besi dalam tepung gandum tidak boleh melebihi batas minimum kandungan logam besi (Fe) dalam setiap kemasan tepung yang diproduksi suatu tempat yang mengolah tepung tersebut (Buckle, 1985).

Pengujian Fe dalam tepung terigu memerlukan hasil uji atau analisis yang cukup valid dan akurat menggunakan metode yang valid dengan membandingkan metode destruksi kering dan destruksi basah. Teknik yang telah dikembangkan untuk menganalisa Fe dalam sampel tepung terigu adalah teknik Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Fe dalam tepung terigu diuji menggunakan instrumen Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) karena metode ini relatif sederhana, selektif, dan sangat sensitif. Menurut Rusnawati dkk (2018), salah satu syarat analisa logam dengan SSA yaitu sampel harus berupa larutan, sehingga sebelum

kadar logam yang akan dianalisa dalam suatu sampel dilakukan destruksi terlebih dahulu. Destruksi adalah suatu perlakuan untuk mengubah atau melarutkan sampel menjadi bentuk materi dapat diukur kandungan unsur-unsur didalamnya. Destruksi ada dua jenis yaitu destruksi basah dan destruksi kering. Destruksi basah dapat dilakukan dengan menggunakan pereaksi asam untuk mendekomposisi sampel, sedangkan destruksi kering menggunakan pemanasan atau pemecahan dengan suhu yang sangat tinggi. Dalam penelitian ini, juga akan dilakukan validasi metode yang bertujuan untuk memastikan bahwa metode analisis yang digunakan telah memenuhi beberapa persyaratan yang telah ditetapkan terlebih dahulu.

Penelitian ini dilakukan untuk mendukung kinerja metode yang akan digunakan secara rutin. Selain itu, laboratorium aneka komoditi di BBTPPI Semarang mengembangkan metode pengujian analisis Fe dengan spektrofotometri serapan atom sehingga perlu dilakukan validasi. Validasi adalah untuk membuktikan suatu metode melalui pengujian dan pengadaan bukti objektif bahwa persyaratan dalam metode tersebut telah terpenuhi. Parameter validasi metode yang digunakan pada penelitian ini adalah linieritas, *Limit of Detection* (LOD) & *Limit of Quantitation* (LOQ), keseksamaan (presisi), dan kecermatan (akurasi), dan ketidakpastian pengukuran.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang, rumusan masalah yang dapat dikaji yaitu sebagai berikut:

1. Berapa kadar besi dalam tepung terigu sebagai persyaratan mutu produksi sesuai dengan SNI 3751:2009?
2. Bagaimana hasil pengujian validasi analisis besi dalam tepung terigu dengan metode destruksi kering dan basah yang meliputi linieritas, *Limit of Detection* (LOD) & *Limit of Quantitation* (LOQ), presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian pengukuran?

1.3 Tujuan

Berdasarkan perumusan masalah diatas, maka tujuan dari pengujian ini adalah sebagai berikut :

1. Untuk mengetahui hasil kadar Fe dalam tepung terigu sebagai persyaratan mutu produksi sesuai dengan SNI 3751:2009.
2. Untuk Mengetahui pengaruh destruksi basah dan destruksi kering terhadap analisis kadar Fe pada sampel tepung terigu terhadap hasil validasi yang meliputi meliputi linieritas, *Limit of Detection* (LOD) & *Limit of Quantitation* (LOQ), presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian pengukuran.

1.4 Manfaat

Manfaat yang diperoleh dari Praktik Kerja Lapangan di Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri Semarang yaitu :

1. Bagi Mahasiswa :
 - 1) Menambah ilmu pengetahuan di bidang pengujian kimia, khususnya analisa kadar logam Fe.
 - 2) Menambah pengetahuan dan wawasan mengenai pengujian kadar logam Fe pada sampel tepung terigu di BBTPPI Semarang.
 - 3) Menambah ilmu mengenai validasi metode khususnya pada tepung terigu dengan metode spektrofotometri serapan atom.
2. Bagi Program Studi DIII Analisis Kimia UII
 - 1) Menjalin kerjasama yang baik antara DIII Analisis Kimia UII dengan BBTPPI Semarang.
 - 2) Sebagai evaluasi dalam bidang akademik untuk meningkatkan kualitas mahasiswa Analisis Kimia UII dalam bidang pengujian kimia.
3. Bagi Perusahaan Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri Semarang
 - 1) Bahan evaluasi mengenai validasi metode pengujian kadar logam Fe pada sampel tepung terigu menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan perbandingan destruksi kering dan destruksi basah.

- 2) Bahan masukan bagi perusahaan untuk menentukan metode yang efisien untuk pengujian logam Fe pada tepung terigu.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sejarah Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri Semarang

Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri atau disingkat BBTPPI merupakan salah satu Balai Riset dan Standarisasi di bawah Badan Penelitian dan Pengembangan Industri Departemen Perindustrian. Berikut riwayat singkat Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri (BBTPPI):

1962 – 1964 : Sebagai Perwakilan Balai Penelitian Kimia Bogor untuk Jawa Tengah dan Daerah Istimewa Yogyakarta.

1964 – 1971 : Sebagai Unit PN PR “Nupsika Yasa” dengan nama Balai Penelitian Kimia.

1971 – 1975 : Sebagai Unit Lembaga Penelitian dan Pendidikan Industri dengan nama Balai Penelitian Kimia.

1975 – 1980 : Sebagai Unit Pusat Penelitian dan Pengembangan Aneka Industri dan Kerajinan Rakyat dengan nama BPK.

1980 – 2002 : Sebagai unit pelaksanaan teknis Badan Penelitian dan Pengembangan Industri dengan nama Balai Penelitian dan Pengembangan Industri atau Balai Industri Semarang.

2002 – 2006 : Direstrukturisasi menjadi Balai Riset dan Standarisasi Industri dan Perdagangan.

2006 – Kini : Direstrukturisasi menjadi Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri (BBTPPI).

12 Desember 2017 : BBTPPI memperoleh Penghargaan sebagai Instansi yang Menerapkan Zona Integritas dan mendapatkan Predikat WBK (Wilayah Bebas Korupsi).

Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri merupakan instansi pemerintah yang menerima jasa pengujian kimia, khususnya pengujian limbah dan lingkungan serta aneka komoditi. Laboratorium BBTPPI telah diakreditasi oleh Komite Akreditasi Nasional (KAN) berdasarkan persyaratan ISO/IEC 17025 dan

telah di lakukan double assesment dengan persyaratan tambahan Peraturan Menteri Lingkungan Hidup No. 06 tahun 2009 tentang laboratorium lingkungan.

Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri memiliki visi yang merupakan gambaran masa depan BBTPPI yang berisikan cita dan citra yang hendak diwujudkan, yaitu ***“Menjadi pusat unggulan (center of excellence) untuk litbang teknologi dan layanan teknis di bidang pencegahan pencemaran industri untuk mendukung pembangunan industri yang berkelanjutan berorientasi pada kualitas produk dan pelestarian lingkungan.”*** Misi Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri merupakan tugas atau peran BBTPPI guna untuk mencapai visi BBTPPI, antara lain melakukan pengkajian, riset, pengembangan, dan pendalaman teknologi pencegahan pencemaran industri secara berkesinambungan untuk mendukung pembangunan industri yang berwawasan lingkungan. Memberikan layanan teknis dalam mendukung pengembangan industri yang berorientasi pada teknologi, jaminan mutu, dan akrab lingkungan melalui penelitian dan pengembangan, pelatihan, pengujian, konsultasi, standarisasi, dan pengawasan mutu produk, kalibrasi, sertifikasi, rancang bangun, dan perekayasaan industri, penanganan pencemaran, dan audit energi. Mendukung pemerintah pusat dalam rangka melaksanakan kebijakan pembangunan industri nasional.

Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri selalu memberikan kepuasan terhadap pelanggan dan menjadikan hal tersebut sebagai motto pelayanannya. Pelayanan publik dengan ruang lingkup aneka komoditi seperti makanan, minuman, air minum dalam kemasan, cemaran mikrobiologi, air limbah, limbah padat dan B3, pengujian udara seperti emisi, ambien, kebisingan dan lain-lain dengan berbagai parameter. Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri sudah banyak dilengkapi dengan berbagai macam alat yang sangat canggih dan modern diantaranya adalah Inductively Coupled Emission Spectrofotometer (ICP OES), Gas Chromatography (GC), High Pressure Liquid Chromatography (HPLC), spektrofotometri serapan atom (SSA), Spektrofotometri UV-Vis, dan lain-lain.

2.2 Tepung Terigu

Tepung terigu adalah bubuk halus atau tepung yang berasal dari bulir gandum. Bulir gandum atau tepung tersebut yaitu dihasilkan melalui proses penggilingan. Hal tersebut biasanya banyak digunakan untuk industri pangan sebagai dasar pembuatan kue, roti, mie, dan lainnya. Kata terigu berasal dari bahasa Indonesia yang di serap dari bahasa Portugis yaitu trigoyang artinya gandum. Tepung terigu ada dua macam hal yang membedakan yaitu terigu berasal dari biji gandum yang dihaluskan, sedangkan tepung gandum utuh berasal dari gandum yang ada kandungan kulit arinya ikut diolah atau ditumbuk. Komponen-komponen yang ada dalam tepung terigu sekitar 70% sebagian besar yaitu mencakup komponen amilosa dan amioektin (Belitz dan Grosh, 1987)

Mutu tepung terigu dapat mempengaruhi kualitas produk akhir yang dihasilkan. Sebelum digunakan untuk proses memproduksi makanan, mutu tepung terigu perlu dianalisis terlebih dahulu dari segi fisik, kimia maupun mikrobiologinya. Analisis ini sangat perlu untuk memastikan tepung terigu sudah memenuhi standar yang berlaku atau belum. Parameter mutu tepung terigu yang ditentukan berdasarkan SNI dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Syarat Mutu Tepung Terigu sebagai Bahan Makanan

Jenis uji	Satuan	Persyaratan
Keadaan		
a. Bentuk	-	Serbuk
b. Bau	-	Normal (bebas dari abu asing)
c. Warna	-	Putih, khas terigu
Benda Asing	-	Tidak ada
Serangga dalam semua bentuk stadia dan potongan-potongannya yang tampak	-	Tidak ada
Kehalusan, lolos ayakan 212 μm (Mesh No. 70) (b/b)	%	Min 95
Kadar air (b/b)	%	Maks 14,5
Kadar abu (b/b)	%	Maks 0,70
Kadar protein (b/b)	%	Min 7,0
Keasaman	mg	Maks 50

<i>Falling number</i> (atas dasar kadar air 14 %)	KOH/100g detik	Min 300
Besi (Fe)	mg/kg	Min 50
Seng (Zn)	mg/kg	Min 30
Vitamin B1 (tiamin)	mg/kg	Min 2,5
Vitamin B2 (riboflavin)	mg/kg	Min 4
Asam folat	mg/kg	Min 2
Cemaran logam :		
a. Timbal (Pb)	mg/kg	Maks 1,0
b. Raksa (Hg)	mg/kg	Maks 0,05
c. Kadmium (Cd)	mg/kg	Maks 0,1
Cemaran arsen	mg/kg	Maks 0,50
Cemaran mikroba :		
a. Angka lempeng total	koloni/g	Maks 1×10^6
b. <i>E. Coli</i>	APM/g	Maks 10
c. Kapang	koloni/g	Maks 1×10^4
d. <i>Bacillus cereus</i>	koloni/g	Maks 1×10^4

(BSN, 2009).

2.3 Besi

Logam besi (Fe) dalam jumlah sedikit merupakan suatu bagian dari berbagai enzim yang mempengaruhi seluruh reaksi kimia yang penting pada tubuh. Logam besi juga merupakan bagian dari hemoglobin yang memungkinkan membawa oksigen dalam sel darah merah dan mengantarkan ke jaringan tubuh. Bila kekurangan besi, maka akan mengalami kekurangan darah atau anemia, mual, nyeri pada lambung, muntah, terkadang akan mengalami diare serta sulit buang air besar, dan tubuh manusia akan terasa lemah. Apabila kelebihan besi dapat mengalami keracunan seperti muntah, diare, dan kerusakan usus (Khaira, 2007).

Zat besi (Fe) merupakan suatu mineral esensial mikro yang sangat diperlukan didalam tubuh dan berperan penting bagi tubuh (Prawirohardjo, 2009). Menurut Mandriwati (2008), mensintesis hemoglobin dalam darah sehingga konsentrasi hemoglobin tetap terjaga yaitu dengan cara menggunakan atau mengonsumsi makanan yang mengandung zat besi (Fe).

Zat besi (Fe) merupakan salah satu mineral yang terkandung didalam tepung terigu. Zat besi (Fe) adalah mikromineral yang penting bagi tubuh karena berfungsi untuk pembentukan sel darah merah. Hal tersebut merupakan proses sintesis hemoglobin (Hb) dan dapat mengaktifkan beberapa enzim salah satu nya yaitu

enzim pembentuk antibodi. Kekurangan zat besi (Fe) dapat mengakibatkan anemia atau kurang darah yang merupakan salah satu masalah gizi di Indonesia. Selain itu, kekurangan zat besi (Fe) juga dapat menurunkan kekebalan tubuh karena hal ini berhubungan erat dengan penurunan fungsi enzim pembentuk antibodi (Ramli, 2008).

Zat besi (Fe) dalam pangan nabati maupun hewani berada dalam bentuk ikatan, ferri (Fe^{+3}) dalam pangan nabati dan ferro (Fe^{+2}) dalam pangan hewani. Zat besi (Fe) mudah diserap pada saluran pencernaan dan mengalami proses reduksi dari bentuk ferri (Fe^{+3}) menjadi ferro (Fe^{+2}). Proses tersebut dibantu oleh asam lambung (HCl), adanya vitamin C dan asam amino (Winarno, 2004)

2.4 Metode Destruksi

Destruksi yaitu suatu perlakuan untuk mengubah atau melarutkan sampel menjadi bentuk yang dapat diukur sehingga kandungan yang ada didalam sampel seperti unsur-unsur dapat dianalisis dengan berbagai metode sesuai parameter yang akan dianalisis. Destruksi ada dua jenis yaitu destruksi kering dan destruksi basah.

1. Metode Destruksi Basah

Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator. Pelarut yang sering digunakan untuk metode destruksi basah antara lain asam nitrat (HNO_3), asam sulfat (H_2SO_4), asam perklorat ($HClO_4$), dan asam klorida (HCl). Kesempurnaan destruksi ditandai dengan perubahan warna larutan menjadi larutan yang jernih setelah proses destruksi. Hal tersebut menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut dengan sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik. (Raimon, 1993)

2. Metode Destruksi Kering

Destruksi kering adalah perombakan organik logam didalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan perubahan sampel dalam muflur furnace dan memerlukan pemanasan tertentu. Umumnya destruksi kering memerlukan pemanasan suhu 400-800°C, tetapi suhu ini tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis. Jenis logam yang akan dianalisis sebelumnya ditinjau untuk penentuan suhu pengabuan pada sistem tersebut. Sampel logam yang bersifat kurang konstan,

maka perlakuan ini tidak memberikan hasil yang baik. Logam Fe, Cu, dan Zn oksidanya yang terbentuk adalah Fe_2O_3 , FeO, ZnO, dan CuO. Semua oksida logam ini cukup stabil pada suhu pengabuan yang digunakan. oksida-oksida ini selanjutnya dilarutkan ke dalam pelarut asam encer maupun campuran, kemudian dianalisis menurut metode yang digunakan.

Faktor yang harus dipahami dalam hal metode destruksi terhadap sampel antara lain bagian terpenting yang tergantung didalamnya dan sifat matriks, jenis logam yang akan dianalisis, dan metode yang akan digunakan untuk penentuan konsentrasi kadar logamnya (Raimon, 1993)

Metode yang lebih baik dari kedua destruksi yang ada yaitu destruksi basah dibandingkan dengan metode yang kering karena tidak banyak yang hilang saat pengabuan dengan suhu yang sangat tinggi. Destruksi basah dilakukan untuk memperbaiki cara kering yang biasanya memerlukan banyak waktu yang lebih lama daripada cara basah (Sumardi, 1981).

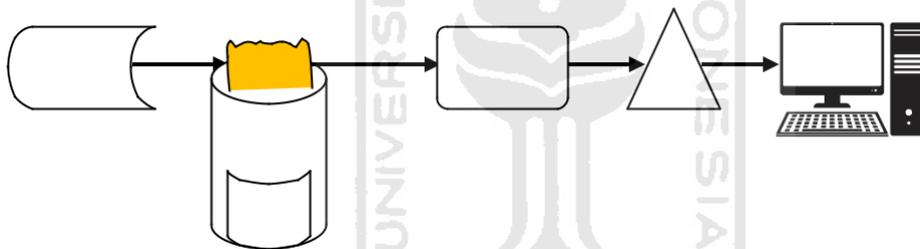
2.5 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Suatu instrumentasi dengan metode analisis kuantitatif dari hasil atau serapan radiasi suatu atom maupun molekul analisis pada contoh pengujian berupa logam yaitu spektrofotometer. Salah satu jenis spektrofotometer yaitu spektrofotometer serapan atom. Spektrofotometer serapan atom tersebut digunakan untuk metode analisis unsur secara kuantitatif. Pengukuran metode ini berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu sesuai sifat unsur yang akan dianalisis oleh atom logam dalam keadaan bebas. Suatu energi yang dapat mengubah tingkat elektronik atom yang dimiliki oleh cahaya pada panjang gelombang tersebut. Energi ini berasal dari sumber radiasi sehingga menyebabkan atom tereksitasi dari keadaan dasar ke tingkatan energi yang lebih tinggi (Khopkar, 2002).

Prinsip kerja spektrofotometer serapan atom yaitu penyerapan energi radiasi oleh atom-atom dari sumber nyala pada gelombang tertentu. Contoh uji yang mengandung unsur-unsur logam diaspirasikan pada suatu nyala, unsur tersebut kemudian dianalisis dalam bentuk atom bebas. Atom-atom ini kemudian menyerap atau mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya pada lampu katodasesuai dengan

jenis unsur logam yang telah ditentukan terlebih dahulu sebelum dianalisis. Jumlah penyerapan radiasi selanjutnya diukur pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan jenis logamnya, contoh nya unsur mangan diukur pada panjang gelombang 278,5 nm. Energi radiasi dengan panjang gelombang yang dihasilkan membentuk suatu hubungan yang disebut dengan teori planck dengan ketetapan kecepatan cahaya sebesar $3 \cdot 10^8$ m/s (Riyanto,2017)

Hukum yang dikenal dalam bidang spektrofotometer adalah hukum lambert-beer. Hukum lambert menyatakan apabila suatu cahaya monokromatik melewati suatu medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan akan berkurang dengan bertambahnya ketebalan dan berbanding lurus dengan intensitas cahaya, sedangkan hukum beer menyatakan adanya efek konsentrasi pada spesi yang menyerap sinar sehingga memberikan pengaruh terhadap transmisi maupun absorbs cahaya (Underwood dan Day, 2002)



Gambar 2.1 Bagian Komponen Spektrofotometer Serapan Atom (Day dan Underwod, 2002)

a. Lampu *hallow Chatode lamp*

Lampu adalah sumber radiasi dengan spectra yang tajam dan mengemisikan gelombang monokromatis. Lampu ini terdiri dari katoda cekung yang silindris (berongga) yang terbuat dari campuran (*alloy*) kuarsa dan anoda terbuat dari tungsten. Silinder gelas berisi gas inert (argon atau neon) pada tekanan yang rendah (1 hingga 5 torr) (Cantle, 1982).

b. Nyala (*flame*)

Nyala digunakan untuk mengubah sampel dari bentuk padatan atau cairan menjadi bentuk uap atomnya dan berfungsi untuk mengeksitasi atau memecah atom dari tingkat yang lebug tinggi atau atomisasi. Prinsip system

atomisasi nyala adalah larutan contoh uji yang mengandung logam dalam bentuk garam akan diubah menjadi aerosol yang halus dan dilewatkan pada *nebulizer* yang biasanya disebut proses nebulisasi. Selanjutnya dengan adanya penguapan pelarut, butiran aerosol akan menjadi padatan dan terjadi perubahan bentuk dari padatan menjadi gas. Senyawa yang ada pada contoh uji akan berdisosiasi menjadi atom-atom bebas (Cantle, 1982).

c. Monokromator

Monokromator berfungsi untuk mengisolasi atau memisahkan serta mengontrol suatu berkas radiasi yang tidak diperlukan dalam analisis dengan panjang gelombang tertentu (Day dan Underwood, 2002).

d. *Detector*

Detector berfungsi untuk mengukur intensitas cahaya melalui tempat pengatoman (sel atom). Sinyal radiasi yang diterima diubah menjadi sinyal elektronik atau mengubah energi cahaya menjadi energi listrik, dimana energi listrik yang dihasilkan digunakan untuk mendapatkan data (Cantle, 1982).

e. Alat pembaca

Alat pembaca adalah suatu alat yang telah dikalibrasi untuk pembacaan suatu transmisi atau absorbs. Hasil dari pembacaan tersebut dapat berupa angka, gambar, dalam bentuk kurva atau grafik yang menggambarkan nilai serapan atau intensitas emisi (Gandjar dan Rohman, 2007).

2.6 Validasi Metode

Validasi metode merupakan suatu tindakan pembuktian terhadap suatu parameter tertentu bahwa metode tersebut dapat memenuhi persyaratan untuk tujuan penggunaannya melalui hasil analisis atau pengujian suatu laboratorium, sehingga dapat memberikan hasil yang konsisten dan sesuai dengan spesifikasi yang telah ditetapkan (Gandjar dan Rohman, 2007). Validasi metode sangat diperlukan saat melakukan pengujian karena validasi metode merupakan suatu hal yang penting dari control kualitas dan dapat membantu memberikan jaminan bahwa pengujian yang dilakukan memberikan hasil yang tepat. Metode pengujian yang

digunakan di laboratorium kimia analitik harus dievaluasi dan diuji untuk memastikan bahwa metode tersebut mampu menghasilkan data yang valid.

2.6.1 Linieritas

Linieritas merupakan kemampuan suatu metode analisis untuk memperoleh hasil pengujian yang sesuai dengan konsentrasi analit dalam sampel pada kisaran konsentrasi tertentu, sedangkan rentang metode merupakan pernyataan batas tertinggi dan terendah analit yang sudah ditetapkan dengan keakuratan, kecermatan, dan linieritas yang dapat diterima. Rentang metode dapat dilakukan dengan cara membuat kurva kalibrasi dari beberapa deret larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya. (Ermer, 2006).

Linieritas diukur dengan cara melakukan pengukuran tunggal pada konsentrasi yang berbeda-beda. Data yang telah diperoleh selanjutnya diproses dengan metode kuadrat terkecil yaitu $y = a + bx$ yang selanjutnya akan digunakan untuk menentukan nilai kemiringan (slope), intersep, dan koefisien korelasinya (r). Persamaan tersebut akan menghasilkan koefisien determinasi (R^2). Koefisien determinasi inilah yang digunakan untuk mengetahui linieritas suatu metode analisis. Penetapan linieritas minimum menggunakan lima konsentrasi deret standar yang berbeda. Nilai koefisien determinasi yang memenuhi persyaratan adalah lebih besar dari 0,997 (Chan, 2004).

2.6.2 *Limit of Detection (LOD)* dan *Limit of Quantitation (LOQ)*

Limit of detection menunjukkan jumlah atau konsentrasi terkecil analit dalam sampel yang mampu dideteksi, namun tidak perlu diukur sesuai dengan nilai sebenarnya. *Limit of detection* menggambarkan konsentrasi analit terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur. Nilai tersebut dapat ditentukan dengan cara mengukur analit pada konsentrasi yang telah diketahui terhadap blanko. Penentuan batas deteksi suatu metode dapat berbeda tergantung pada metode analisis dan instrument yang digunakan. Analisis yang tidak menggunakan instrument batas tersebut dapat ditentukan dengan mendeteksi analit dalam sampel pada pengenceran bertingkat, sedangkan analisis dengan instrument dapat dihitung nilai

batas deteksi dengan mengukur respon blanko beberapa kali kemudian dihitung simpangan baku respon blanko dan persamaan untuk menentukan batas deteksi secara statistic melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b persamaan garis $y = bx + a$, sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku (SD) (Harmita, 2004).

Limit of quantitation merupakan jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat ditentukan secara kuantitatif pada tingkat ketelitian dan ketepatan yang baik. *Limit of quantitation* merupakan parameter pengujian kuantitatif untuk konsentrasi analit yang rendah dalam matriks kompleks dan dapat digunakan untuk menentukan adanya pengotor atau degradasi produk. *Limit of quantitation* menggambarkan konsentrasi terendah analit dalam sampel yang dapat dianalisis dengan akurasi dan presisi dibawah kondisi percobaan tertentu. *Limit of detection* dan *limit of quantitation* dihitung berdasarkan rerata kemiringan garis dan simpangan baku intersep kurva standar yang diperoleh (Riyanto, 2014).

2.6.3 Presisi

Presisi merupakan ukuran yang menunjukkan kedekatan antara hasil uji satu dengan lainnya pada serangkaian pengujian. Presisi dapat ditentukan dengan berbagai cara diantaranya dengan simpangan baku, simpangan rata-rata atau kisaran yang menunjukkan selisih antara hasil pengukuran yang terbesar dan terkecil (Khopkar, 1984). Suatu nilai ketelitian dapat dinyatakan dalam relative standar deviation (% RSD). Besarnya RSD menyatakan tingkat ketelitian seorang analis, semakin kecil % RSD yang dihasilkan maka semakin tinggi tingkat ketelitiannya (Riyanto, 2014).

Menurut Bievre (1998) Presisi dinyatakan sebagai keterulangan (*Repeatability*), ketertiruan (*reproducibility*) dan presisi antara (*intermediate precision*). Parameter presisi tersebut antara lain :

1. Keterulangan (*repeatability*)

Keterulangan merupakan ketelitian yang diperoleh dari hasil pengulangan dengan menggunakan operator, metode, laboratorium, peralatan, dan dalam interval

pemeriksaan waktu yang singkat. Repeatability bertujuan untuk mengetahui konsistensi analit, kesesuaian metode dan tingkat kesulitan metode.

2. Ketertiruan (*reproducibility*)

Ketertiruan merupakan ketelitian yang dihitung dari hasil penetapan ulangan dengan menggunakan metode yang sama, namun dilakukan oleh analis, laboratorium, peralatan dan waktu yang berbeda.

3. Presisi antara (*intermediate precision*)

Presisi antara adalah bagian dari presisi yang dilakukan dengan cara mengulang pemeriksaan terhadap contoh uji dengan analis, waktu, alat yang berbeda, namun dalam laboratorium yang sama.

Kriteria presisi dinyatakan jika metode memberikan nilai $\%RSD \leq 2\%$. Kriteria ini tergantung pada konsentrasi analit yang dianalisis, jumlah sampel dan kondisi laboratorium. Nilai RSD meningkat dengan menurunnya kadar analit yang dianalisis (Harmita, 2004). Uji presisi ini bertujuan untuk mengetahui kesesuaian antara hasil uji yang satu dengan hasil uji yang lainnya pada serangkaian pengujian.

Syarat keberterimaan $\%RSD$ digunakan dengan persamaan koefisien variasi Horwitz. Uji presisi dilakukan dengan membandingkan anatara hasil $\%RSD$ dengan CV Horwitz (Riyanto, 2014). Nilai persen RSD dapat diterima jika lebih rendah $2/3$ $\%$ CV Horwitz, sehingga metode tersebut dapat dikatakan memiliki presisi yang baik (AOAC, 2012). Tingkat presisi yang dapat dipenuhi yaitu berdasarkan konsentrasi analit yang dianalisis (APVMA, 2004). Berikut dapat dilihat dalam Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Tingkat Presisi Berdasarkan Konsentrasi Analit

Jumlah komponen yang terukur dalam sampel (x)	Tingkat presisi (y)
$x \geq 10,00\%$	$y \leq 2\%$
$1,00\% \leq x \leq 10,00\%$	$y \leq 2\%$
$0,10\% \leq x \leq 1,00\%$	$y \leq 1\%$
$x \leq 0,10\%$	$y \leq 20\%$

(APVMA, 2004)

Syarat keberterimaan suatu metode analisis yaitu digunakan persamaan variasi Horwitz sesuai dengan *Assopciation of Analytical Chemist* (AOAC, 2005). Selanjutnya dalam penelitian ini, uji presisi dilakukan dengan cara membandingkan %RSD dengan CV Horwitz. Nilai CV Horwitz merupakan suatu ketetapan yang digunakan untuk menentukan koefisien variasi dari data analisis yang diperoleh.

2.6.4 Akurasi

Akurasi merupakan nilai kecermatan atau nilai kedekatan hasil analisis dengan nilai sebenarnya yang telah ditentukan. Adapun tipe sampel, dapat mengecek metode yang telah digunakan untuk menganalisis sampel tersebut dan menentukan nilai sebenarnya sehingga dapat kita ketahui nilai kecermatannya. Nilai yang dimaksud yaitu nilai *Certified Reference Methode* (CRM). Metode lainnya adalah dengan melakukan perbandingan metode referen dan perbandingan hasil yang telah dilakukan oleh antar laboratorium. Akurasi dapat ditentukan dengan cara melakukan uji perolehan balik yang biasa disebut dengan nilai *recovery*. *Recovery* adalah suatu analit yang ditambahkan dengan larutan standar didalam larutan sampel. Keberterimaan nilai akurasi tergantung pada variasi kebutuhannya (Utami, 2017). Rentang kesalahan yang diberikan suatu sampel dapat dilihat pada Tabel 2.3

Tabel 2.3 Nilai % *recovery* berdasarkan nilai konsentrasi sampel (AOAC, 2013)

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

2.6.5 Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian pengukuran merupakan ukuran sebaran yang secara layak dapat dikaitkan dengan nilai terukur yang didapatkan dari suatu proses yang memberikan rentang terpusat pada nilai terukur di dalam rentang yang diperkirakan nilai benar berada. Pada dokumen standar “Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi” ISO/IEC 17025:2005 diatur bahwa laboratorium wajib mempunyai dan menerapkan prosedur untuk mengestimasi ketidakpastian pengukuran. Estimasi ketidakpastian pengukuran tersebut harus wajar (*reasonable*) dan didasarkan pada pengetahuan atas metode kerja dan harus menggunakan data-data yang didapatkan dari pengalaman sebelumnya serta data validasi metode (Riyanto, 2014)

Ketidakpastian pengukuran terdiri dari beberapa komponen. Komponen tersebut dapat ditandai dengan standar deviasi dan dapat dievaluasi dari distribusi statistik hasil seri pengukuran. Komponen lainnya yang dapat ditandai oleh standar penyimpangan, dievaluasi dengan cara diamsusikan mengikuti probabilitas distribusi berdasarkan informasi atau pengalaman. Terdapat dua komponen ketidakpastian diantaranya tipe A dan tipe B. Tipe A merupakan ketidakpastian yang didasarkan pada pekerjaan eksperimental dan dihitung dari rangkaian berulang. Sedangkan tipe B merupakan ketidakpastian yang didasarkan pada suatu informasi atau data yang dapat dipercaya. Pehitungan estimasi ketidakpastian pengukuran dilakukan bertujuan untuk memastikan bahwa data pengukuran tersebut akurat dan memberikan hasil yang valid (Riyanto, 2014).

Ketidakpastian pengukuran ditentukan apabila pengujian memberikan hasil numerik atau kuantitatif. Ketidakpastian pengukuran bertujuan untuk menentukan nilai benar atau nilai kualitas yang diukur. Hasil pengukuran dianggap lengkap apabila menyajikan nilai ketidakpastian dalam pengukuran tersebut. Kesalahan instrumen merupakan salah satu sumber ketidakpastian pengukuran. Hal tersebut disebabkan oleh efek lingkungan, kesalahn nol dalam pembacaan instrumen,

adanya *noise* atau alat-alat gelas yang tidak pernah dikalibrasi, kontruksi neraca yang tidak tepat dan lain-lain (Tetrasari, 2003).

Menurut Eurachem (2004) tahapan-tahapan untuk menentukan ketidakpstian sebagai berikut :

1. Skema kerja.
2. Menentukan formula atau rumus.
3. Menentukan diagram tulang ikan.
4. Menentukan ketidakpastian baku.
5. Menentukan ketidakpastian gabungan.
6. Menentukan ketidakpastian diperluas.
7. Menentukan sumber-sumber ketidakpastian terbesar atau kontribusi ketidakpastian.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: sampel tepung terigu, HNO₃ pekat (Merck), larutan baku Fe 1000 mg/L, air suling, dan kertas saring.

3.2 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: cawan porselin 125 mL, gelas ukur 50 mL, pipet ukur 5 mL & 10 mL, gelas beaker 250 mL, corong, bola hisab, pemanas listrik, neraca analitik, tanur listrik, dan Spektrofotometer Serapan Atom.

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Persiapan Reagen

1) Larutan asam nitrat 1 N (kadar 65 %, $\rho = 1,40$ gram/mL)

Larutan asam nitrat pekat sebanyak 34,7 mL dipindahkan sedikit demi sedikit ke dalam 250 mL air suling ke dalam gelas beaker sambil didinginkan dan diencerkan sampai 500 mL ke dalam labu ukur 500 mL. Larutan ditera dan dihomogenkan.

2) Pelarut SSA

Larutan asam nitrat pekat (65%) sebanyak 5 mL dipindahkan sedikit demi sedikit ke dalam 250 mL air suling ke dalam gelas beaker sambil didinginkan dan diencerkan sampai 1000 mL ke dalam labu ukur 1000 mL. Larutan ditera dan dihomogenkan.

3.3.2 Validasi Metode

1) Penentuan linieritas kurva kalibrasi standar

Larutan induk Fe dibuat deret standar dengan konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4, dan 5 mg/L. Larutan induk besi masing-masing konsentrasi di pipet sebanyak 0; 0,5; 1;

1,5; 2; dan 2,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan sampai 50 mL dengan pelarut AAS. Larutan ditera dan dihomogenkan. Larutan deret standar diukur pada alat spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 248,3 nm.

2) Penentuan *Limit of Detection (LOD)* & *Limit of Quantitation (LOQ)*

Larutan induk Fe dibuat deret standar dengan konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4, dan 5 mg/L. Larutan induk besi masing-masing konsentrasi di pipet sebanyak 0; 0,5; 1; 1,5; 2; dan 2,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan sampai 50 mL dengan pelarut SSA. Larutan ditera dan dihomogenkan. Larutan deret standar diukur pada alat spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 248,3 nm. Absorbansi yang terbaca digunakan untuk menghitung nilai LOD dan LOQ.

3) Penentuan Akurasi

a. Destruksi kering

Sampel tepung terigu ditimbang sebanyak 3 g dalam cawan porselen, kemudian ditambahkan larutan induk Fe 100 mg/L sebanyak 0,3 mL dan dilakukan hanya 1x pengulangan. Sampel dipanaskan diatas hotplate sampai mengarang atau tidak berasap lagi. Sampel selanjutnya dimasukkan kedalam tanur pada suhu $550 \pm 10^\circ\text{C}$ sampai mengabu. Sampel (sudah mengabu) ditambahkan 10 mL asam nitrat 1 N, selanjutnya sampel dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL dan ditepatkan volume nya dengan air suling. Larutan disaring dan dipindahkan ke botol sampel dan diberi label. Larutan dibaca pada alat spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 248,3 nm. Absorbansi yang terbaca digunakan untuk menentukan nilai akurasi.

b. Destruksi basah

Sampel tepung terigu ditimbang sebanyak 0,5 g dalam erlenmeyer 125 mL, kemudian ditambahkan air suling 30 mL, asam nitrat pekat 5 mL dan larutan induk Fe 100 mg/L sebanyak 0,3 mL dan dilakukan hanya 1x pengulangan. Sampel dipanaskan diatas hotplate sampai tersisa volume sebanyak ± 10 mL, selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL dan ditepatkan volume nya dengan air suling. Larutan disaring dan dipindahkan ke botol sampel dan diberi label. Larutan

dibaca pada alat spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 248,3 nm. Absorbansi yang terbaca digunakan untuk menentukan nilai akurasi.

4) Penentuan Presisi

a. Destruksi kering

Sampel tepung terigu ditimbang 3 g dalam cawan porselen. Penimbangan dilakukan 7x pengulangan. Sampel dipanaskan di atas hotplate sampai mengarang atau tidak berasap lagi. Sampel selanjutnya dimasukkan kedalam tanur pada suhu $550\pm 10^{\circ}\text{C}$ sampai mengabu. Sampel (sudah mengabu) disemprot dengan air suling secukupnya, dan ditambahkan 10 mL asam nitrat 1 N, selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL dan ditepatkan volume nya dengan air suling. Larutan disaring dengan kertas saring whattman dan dimasukkan ke dalam botol sampel. Larutan dibaca pada alat spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 248,3 nm.

b. Destruksi basah

Sampel tepung terigu ditimbang 0,5 g dalam erlenmeyer 125 mL, kemudian ditambahkan air suling 30 mL dan asam nitrat pekat 5 mL, dilakukan sebanyak 7x pengulangan. Sampel dipanaskan di atas hotplate sampai tersisa volume sebanyak ± 10 mL, selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL dan ditepatkan volume nya dengan air suling digojog hingga homogen. Larutan disaring dengan kertas saring whattman dan dimasukkan ke dalam botol sampel. Larutan dibaca pada alat spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 248,3 nm.

5) Penentuan kadar Fe secara Spektrofotometer Serapan Atom

a. Destruksi kering

Sampel tepung terigu ditimbang 3 g dalam cawan porselen dilakukan sebanyak 7x pengulangan. Sampel dipanaskan di atas hotplate sampai mengarang atau tidak berasap lagi. Sampel selanjutnya dimasukkan kedalam tanur pada suhu $550\pm 10^{\circ}\text{C}$ sampai mengabu. Sampel (sudah mengabu) disemprot dengan air suling secukupnya, dan ditambahkan 10 mL asam nitrat 1 N, selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL dan ditepatkan volume nya dengan air suling. Larutan disaring dengan kertas saring whattman dan dimasukkan ke dalam botol sampel. Sampel yang sudah larut dibaca pada panjang gelombang 248,3 nm. Kurva kalibrasi

antara konsentrasi logam dengan sumbu X dan absorbansi sampel dengan sumbu Y. Hasil pembacaan sampel diplotkan terhadap kurva kalibrasi. Kandungan logam Fe dihitung dalam mg/Kg.

b. Destruksi basah

Sampel tepung terigu ditimbang 0,5 g dalam erlenmeyer 125 mL, kemudian ditambahkan air suling 30 mL dan asam nitrat pekat 5 mL, dilakukan sebanyak 7x pengulangan. Sampel dipanaskan diatas hotplate sampai tersisa volume sebanyak ± 10 mL, selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL dan ditepatkan volume nya dengan air suling digojog hingga homogeny. Larutan disaring dengan kertas saring whattman dan dimasukkan ke dalam botol sampel. Sampel yang sudah larut dibaca pada panjang gelombang 248,3 nm. Kurva kalibrasi antara konsentrasi logam dengan sumbu X dan absorbansi sampel dengan sumbu Y. Hasil pembacaan sampel diplotkan terhadap kurva kalibrasi. Kandungan logam Fe dihitung dalam mg/Kg.

$$\text{Kandungan Logam } \left(\frac{\text{mg}}{\text{Kg}} \right) = \frac{C}{m} \times V$$

Keterangan :

C : Konsentrasi logam dari kurva kalibrasi (mg/Kg)

V : Volume larutan akhir (mL)

m : Bobot contoh (mg)

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penentuan Kadar Fe pada Tepung Terigu

4.1.1 Penentuan Kadar Fe pada Tepung Terigu dengan Destruksi Kering dan Destruksi Basah secara Spektrofotometer Serapan Atom

Kadar Fe yang dihasilkan didapatkan melalui proses destruksi kering dan destruksi basah secara Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada contoh sampel uji. Contoh uji yang telah dipreparasi, dimasukan dan ditera kedalam 50 mL labu ukur. Contoh uji yang akan digunakan untuk penentuan kadar Fe dipastikan larutan dalam suasana asam. Kadar Fe yang didapatkan dari hasil pembacaan secara Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), data kadar Fe pada destruksi kering dan basah dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Kadar Besi dalam Tepung Terigu dengan Destruksi Kering dan Basah secara Spektrofotometer Serapan Atom

Destruksi Kering			Destruksi Basah		
Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Kadar (mg/Kg)	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Kadar (mg/Kg)
0,1339	1,2247	20,4089	0,0776	0,6400	63,9616
0,1329	1,2143	20,2356	0,0762	0,6484	64,8011
0,1324	1,2091	20,1490	0,0781	0,6452	64,4813
0,1320	1,2050	20,0807	0,0791	0,6556	65,5207
0,1361	1,2476	20,7906	0,0764	0,6276	63,1221
0,1331	1,2160	20,2640	0,0759	0,6450	64,4742
0,1393	1,2493	20,8182	0,0747	0,6316	63,1347
Rata-rata	1,2237	20,3924	Rata-rata	0,6419	64,2137

Data Tabel 4.1 menunjukkan hasil rata-rata kadar Fe dalam tepung terigu dengan destruksi kering yang diperoleh sebesar 20,3924 mg/Kg, sedangkan hasil rata-rata kadar Fe yang didapatkan pada destruksi basah sebesar 64,2137 mg/Kg. Dimana hasil tersebut jika dibandingkan dengan baku mutu dari SNI 3751:2009 yaitu minimal 50 mg/Kg, sehingga pengujian kadar Fe yang memenuhi baku mutu syarat kualitas tepung terigu sebagai bahan makanan yaitu dengan destruksi basah.

4.2 Validasi Metode

4.2.1 Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi Standar

Linearitas validasi metode penentuan konsentrasi logam Fe terhadap destruksi kering dan destruksi basah pada sampel tepung terigu secara spektrofotometri serapan atom ditentukan dengan enam larutan standar yang telah dibuat dengan konsentrasi yang berbeda. Enam larutan standar tersebut digunakan untuk membuat kurva kalibrasi standar. Koefisien korelasi dan koefisien determinasi ditentukan dengan kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi sebagai sumbu x dan absorbansi hasil pembacaan instrumen dari larutan standar yang dibuat sebagai sumbu y persamaan yang digunakan adalah sebagai berikut :

$$Y = ax + b$$

Keterangan :

Y = absorbansi larutan standar

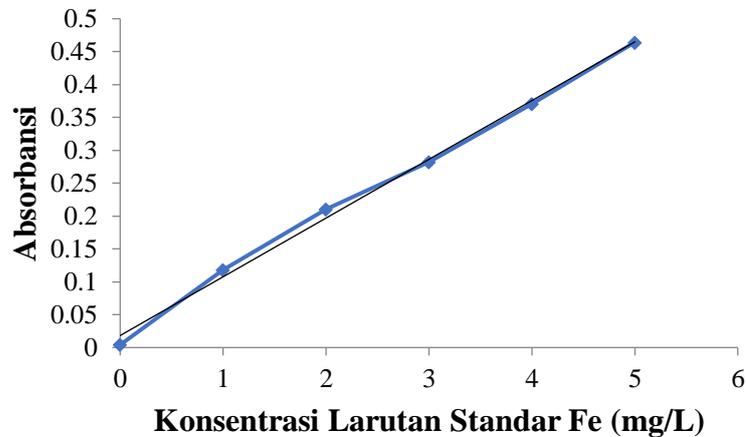
a = *slope*

b = intersep

Penentuan kadar Fe pada sampel tepung terigu secara SSA menggunakan kurva kalibrasi. Hasil yang diperoleh dari pengukuran absorbansi dari larutan standar Fe yang telah dibuat disajikan dalam Tabel 4.2. Kemudian hasil yang didapatkan dari kurva kalibrasi larutan standar Fe ditunjukkan pada Gambar 4.1.

Tabel 4.2 Konsentrasi dengan Absorbansi Larutan Deret Standar

Konsentrasi Standar (mg/L)	Absorbansi
0	0,0042
1	0,1184
2	0,2107
3	0,2819
4	0,3701
5	0,4641



Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fe

Persamaan regresi linear yang didapatkan dari kurva kalibrasi pada Gambar 4.1. adalah $y = 0,0893x + 0,0183$ dengan koefisien kolerasi (r) sebesar 0,997 dan nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,996.

Linieritas menggambarkan ketelitian pengukuran analisis suatu metode yang ditandai dengan nilai koefisien kolerasi $>0,99$ (AOAC, 2013). Nilai koefisien kolerasi yang didapatkan dalam metode analisis penentuan konsentrasi besi secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) ini sebesar 0,997, sehingga dapat dikatakan bahwa pengujian ini mempunyai kolerasi yang linear dan memiliki keberterimaan data dengan baik. Hal ini dapat dikatakan kinerja metode pengujian ini termasuk kategori pengujian yang baik (Riyanto, 2014)

4.2.2 Penentuan *Limit of Detection* dan *Limit of Quantitation*

Batas deteksi adalah jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon signifikan, selanjutnya akan dibandingkan dengan blanko. Batas kuantitasi adalah jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat ditentukan secara kuantitatif dengan presisi dan akurat. *Limit of detection* dan *limit of quantitation* adalah salah satu parameter validasi yang penting untuk ditentukan.

Penentuan *limit of detection* dan *limit of quantitation* dalam metode ini ditentukan dengan metode kurva kalibrasi. Deret standar dengan enam konsentrasi yang berbeda diukur kurva kalibrasi yang linear. Nilai *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ) dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.3 Penentuan *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantitation* (LOQ)

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (y)	y_i	$y - y_i$	$(y - y_i)^2$
0	0.0042	0.0183	-0.0141	0.0002
1	0.1184	0.1076	0.0108	0.0001
2	0.2107	0.1969	0.0138	0.0002
3	0.2819	0.2862	-0.0043	0.0000
4	0.3701	0.3755	-0.0054	0.0000
5	0.4641	0.4648	-0.0007	0.0000
Σ				0.0006
$S_{y/x}$				0.0118
LOD (mg/L)				0.3954
LOQ (mg/L)				1.3179

Dilihat dari hasil tersebut bahwa nilai *limit of detection* (LOD) yang diperoleh sebesar 0,03954 mg/L, sedangkan nilai *limit of quantitation* (LOQ) yang diperoleh sebesar 1,3179 mg/L. Hasil limit deteksi ini digunakan untuk mendeteksi nilai limit alat dengan membandingkan hasil kadar atau konsentrasi sampel yang diperoleh.

4.2.3 Penentuan Presisi

Analisis kadar Fe dalam tepung terigu dengan dua metode yaitu destruksi kering dan destruksi basah yang telah diuji secara spektrofotometer serapan atom dengan masing-masing metode dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali. Hal ini digunakan untuk menentukan presisi pada contoh sampel uji. Penentuan kadar besi dengan membandingkan kedua destruksi yang berbeda ini dilakukan untuk mengetahui apakah sampel yang diulang sebanyak 7 kali mempunyai keterkaitan yang cukup baik. Presisi merupakan ukuran kedekatan antara serangkaian hasil

analisa dari beberapa pengulangan pada sampel yang sama, sehingga nilai yang didapatkan harus sekecil mungkin untuk mengetahui apakah sampel yang diulang ini mempunyai nilai presisi yang baik.

Kadar yang dihasilkan diperoleh dari proses destruksi yang berbeda pada contoh sampel uji dengan preparasi yang berbeda pula. Contoh uji yang telah dipreparasi hingga penyaringan dimasukkan kedalam botol sampel. Contoh uji yang akan dibaca pada instrumen spektrofotometer serapan atom bersifat asam. Nilai presisi pada destruksi kering dan basah dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Penentuan Presisi Kadar Besi Pada Tepung Terigu Dengan Destruksi Kering dan Basah

Destruksi Kering			Destruksi Basah		
Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Kadar (mg/Kg)	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Kadar (mg/Kg)
0,1339	1,2247	20,4089	0,0776	0,6400	63,9616
0,1329	1,2143	20,2356	0,0762	0,6484	64,8011
0,1324	1,2091	20,1490	0,0781	0,6452	64,4813
0,1320	1,2050	20,0807	0,0791	0,6556	65,5207
0,1361	1,2476	20,7906	0,0764	0,6276	63,1221
0,1331	1,2160	20,2640	0,0759	0,6450	64,4742
0,1393	1,2493	20,8182	0,0747	0,6316	63,1347
Rata-rata	1,2237	20,3924	Rata-rata	0,6419	64,2137
SD	0,2993		SD	0,8767	
RSD	1,4679		RSD	1,3653	

Pada Tabel 4.4. dapat ditentukan presisi kadar besi dengan destruksi kering dan basah pada contoh sampel menggunakan rumus standar deviasi yang kemudian dapat ditentukan nilai persen relative standar deviasi (%RSD). Hasil standar deviasi (SD) pada pengukuran kadar besi dengan destruksi kering didapatkan sebesar 0,2993 mg/Kg dengan persen relatif standar deviasinya (%RSD) sebesar 1,4679%. Hasil standar deviasi (SD) pada pengujian kadar besi dengan destruksi basah didapatkan sebesar 0,8767 mg/Kg dengan persen relatif standar deviasinya (%RSD) diperoleh sebesar 1,3653%. %RSD yang diperoleh dari kedua metode destruksi tersebut menunjukkan nilai yang seksama. Menurut BSN (2009), apabila metode memberikan simpangan baku (%RSD) lebih besar dari 7 %, maka analisis harus di

ulang. Namun kedua metode tersebut memiliki nilai presisi kurang dari 7%, maka analisis ini memiliki presisi yang tinggi dan menunjukkan kedekatan antar hasil pengulangan yang baik.

4.2.4 Penentuan Akurasi

Penentuan akurasi ini dapat dilakukan dengan menambahkan bahan standar pada contoh sampel uji atau sering disebut *spike*. Akurasi merupakan tingkat kepercayaan yang didapatkan dari pengujian atau analisis yang telah dilakukan. Apabila sampel mempunyai tingkat akurasi yang tinggi maka dapat diartikan bahwa tingkat kesalahan yang didapatkan semakin rendah. Akurasi ini biasanya sering disebut dengan *recovery* atau persen perolehan kembali analit yang ditambahkan.

Standar yang digunakan pada pengukuran akurasi ini dari larutan standar besi 100 mg/L. Penambahan standar besi ini dimasukkan kedalam sampel yang perlakuan nya sama dengan penentuan presisi kemudian di destruksi dengan kedua metode yang digunakan yaitu metode destruksi kering dan destruksi basah. Data pada Tabel 4.5 merupakan hasil pengukuran akurasi yang dilakukan pada analisa penentuan penambahan standar dan hasil pengukuran dari spektrofotometer serapan atom yang dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Penentuan Akurasi Kadar Besi pada Tepung Terigu dengan Destruksi Kering dan Basah

Destruksi	Kering	Basah
Absorbansi	0,1746	0,1356
C Standar	100 mg/L	100 mg/L
C Sampel	1,2237 mg/L	0,6419 mg/L
C Spike	1,6474 mg/L	1,2424 mg/L
% Recovery	70,62 %	100,08 %

Hasil persen *recovery* yang didapatkan dengan metode destruksi kering sebesar 70,62%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa metode analisis ini memiliki

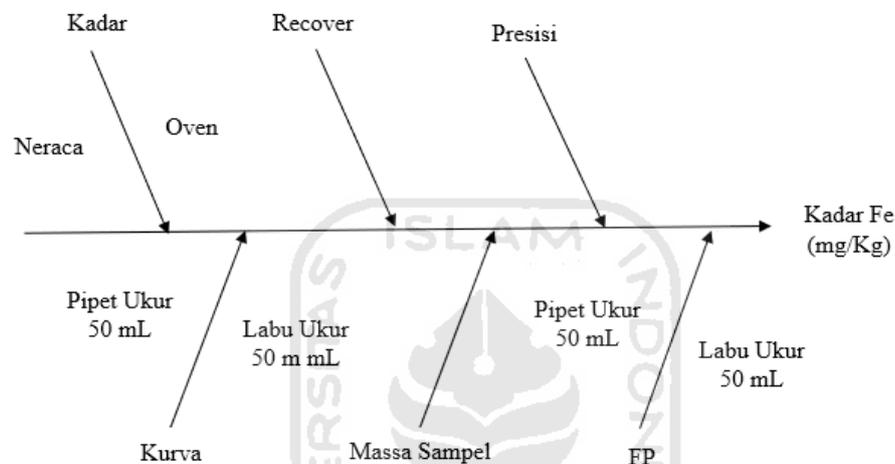
tingkat kecermatan yang kurang baik. Menurut AOAC Hasil tersebut dapat dikatakan baik atau tepat berdasarkan pada nilai rentang kesalahan yang yang diperbolehkan yaitu sebesar 85%-115%, sehingga persen *recovery* yang didapatkan dari metode destruksi kering tidak masuk dalam rentang kesalahan, maka dapat dikatakan bahwa pengujian ini mempunyai nilai akurasi yang kurang baik. Hasil persen *recovery* yang didapatkan dengan metode destruksi basah sebesar 100,08%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa metode analisis dengan destruksi basah memiliki tingkat kecermatan yang baik.

4.2.5 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian pengukuran adalah suatu parameter yang memastikan rentang nilai yang didalamnya diperkirakan terdapat nilai benar. Ketidakpastian pengukuran perlu ditentukan karena setiap nilai yang didapatkan dari suatu pengukuran kuantitatif hanya merupakan suatu perkiraan terhadap nilai benar. Syarat-syarat umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi di dalam ISO/IEC 17025: 2005 mewajibkan suatu laboratorium untuk menerapkan dan memiliki prosedur estimasi ketidakpastian pengukuran. Estimasi ketidakpastian pengukuran tersebut harus logis dan berdasarkan sumber atas unjuk kerja metode dan harus menggunakan data-data yang didapatkan dari pengalaman sebelumnya serta data validasi metode (Riyanto, 2014).

Ketidakpastian menghubungkan semua kesalahan dari komponen-komponen yang diketahui menjadi suatu rentang tunggal (Tuning dan Supriyanto, 2010). Berdasarkan ISO/IEC 17025: 2005, ada dua kategori komponen ketidakpastian yaitu tipe A dan tipe B. Tipe A merupakan ketidakpastian yang berasal dari pekerjaan eksperimental dan dihitung dari pengamatan berulang. Tipe A dapat dievaluasi dengan metode statistik baku terhadap sekumpulan data pengukuran. Adapun tipe B merupakan ketidakpastian yang berasal dari informasi data yang dapat dipercaya. Tipe B ini misalnya sertifikat kalibrasi. Tipe B ditandai oleh standar penyimpangan dan dievaluasi dengan cara diasumsikan mengikuti probabilitas distribusi berdasarkan pengalaman atau berdasarkan dengan informasi lainnya (Riyanto, 2014).

Langkah awal untuk menentukan nilai ketidakpastian pengukuran dengan menyajikan sumber-sumber kesalahan yang disajikan dalam bentuk diagram tulang ikan. Sumber-sumber kesalahan yang dapat berkontribusi dalam menentukan estimasi ketidakpastian dapat berasal dari prosedur dan sumber-sumber lainnya yang memungkinkan adanya ketidakpastian. Diagram tulang ikan dari penentuan validasi dan verifikasi ditampilkan dalam Gambar 4.2.



Gambar 4.1 Diagram Tulang Ikan

Langkah kedua yaitu menentukan ketidakpastian baku. Ketidakpastian baku ini dikelompokkan dalam faktor-faktor pokok yang teridentifikasi dalam tulang-tulang kecil yang terdapat dalam diagram tulang ikan. Ketidakpastian tipe A dikuantifikasi berdasarkan standar deviasinya, sedangkan ketidakpastian tipe B dikuantifikasi berdasarkan distribusi probabilitasnya. Komponen-komponen ketidakpastian baku pada validasi analisis konsentrasi besi dalam tepung terigu dengan cara destuksi kering dan destruksi basah terdiri dari ketidakpastian volume, ketidakpastian pengulangan (presisi), ketidakpastian *recovery*, ketidakastian kurva kalibrasi, dan ketidakpastian neraca.

1. Ketidakpastian volume

Ketidakpastian volume termasuk dalam tipe A dengan rumus sebagai berikut:

$$\mu = \frac{s}{\sqrt{6}}$$

Keterangan :

s= simpangan baku

$\sqrt{6}$ = distribusi *triangular*

Hal ini disebabkan karena nilai ketidakpastian ditentukan berdasarkan kalibrasi volume yang tertera pada alat. Adapun komponen-komponen volumetrik yang digunakan adalah labu ukur *iwaki* 50 mL dan pipet ukur *iwaki* 5 mL dan 10 mL. Estimasi ketidakpastian volume yang tidak diketahui selang kepercayaannya dapat diketahui dengan distribusi triangular.

Sumber-sumber ketidakpastian alat volumetrik tidak hanya berasal dari kalibrasi alat saja. Suhu atau temperatur yang berbeda juga dapat mempengaruhi nilai ketidakpastian. Ketidakpastian tersebut dikenal dengan ketidakpastian faktor muai. Ketidakpastian baku dan ketidakpastian faktor muai kemudian dipadukan dan dinyatakan dalam ketidakpastian gabungan. Berdasarkan perhitungan dapat diketahui bahwa nilai ketidakpastian labu ukur *iwaki* 50 mL sebesar 0.0390 dan nilai ketidakpastian pipet ukur 5 mL sebesar 0.1261 dan pipet ukur 10 mL sebesar 0,0213.

2. Ketidakpastian presisi (pengulangan)

Ketidakpastian pengulangan (presisi) termasuk dalam ketidakpastian tipe A. Hal ini disebabkan karena ketidakpastian pengulangan disebabkan dari pekerjaan eksperimental melalui pengamatan berulang. Ketidakpastian pengulangan ditentukan berdasarkan pada standar deviasi dan rata-rata dari konsentrasi sampel yang digunakan. Berdasarkan perhitungan nilai ketidakpastian pengulangan pada destruksi kering diperoleh sebesar 0,1131; sedangkan destruksi basah diperoleh 0,3314.

3. Ketidakpastian *recovery*

Ketidakpastian *recovery* termasuk dalam ketidakpastian tipe A. Hal ini disebabkan karena ketidakpastian akurasi disebabkan dari pekerjaan eksperimental melalui pengamatan. Ketidakpastian *recovery* ditentukan berdasarkan pada SD dan nilai konsentrasi observasi (konsentrasi sampel dan *spike*). Berdasarkan perhitungan nilai ketidakpastian akurasi pada destruksi kering diperoleh sebesar 0,5367; sedangkan destruksi basah diperoleh 0,9185.

4. Ketidakpastian neraca

Ketidakpastian neraca termasuk dalam ketidakpastian tipe B. Hal ini disebabkan karena ketidakpastian neraca berasal dari sumber informasi atau data yang dapat dipercaya misalnya sertifikat kalibrasi neraca. Ketidakpastian neraca ditentukan berdasarkan pada nomor sertifikat kalibrasi. Berdasarkan perhitungan nilai ketidakpastian neraca diperoleh sebesar 0,0001.

5. Ketidakpastian gabungan

Ketidakpastian gabungan ditentukan dari komponen-komponen nilai ketidakpastian baku dijumlahkan, dikuadratkan, kemudian diakar untuk mendapatkan nilai ketidakpastian gabungan dengan rumus sebagai berikut:

$$(\mu_c/C) = \sqrt{(\mu/a)^2 a + (\mu/b)^2 b}$$

6. Ketidakpastian diperluas

Adapun cara menentukan nilai ketidakpastian diperluas yaitu dengan mengalikan nilai ketidakpastian gabungan dengan faktor cakupan. Penelitian yang telah dilakukan digunakan selang kepercayaan 95% sehingga faktor cakupan yang digunakan adalah 2. Nilai ketidakpastian diperluas ditentukan dengan rumus:

$$(\mu_U) = 2 \times \mu_c$$

Penentuan ketidakpastian gabungan diperluas pada validasi metode penentuan konsentrasi besi pada sampel tepung terigu dengan destruksi kering dan destruksi basah secara spektrofotometer serapan atom disajikan dalam Tabel 4.6. dan Tabel 4.7.

Tabel 4.6 Nilai Estimasi Ketidakpastian Destruksi Kering

Ketidakpastian Asal	Nilai (x)	Satuan	$\mu(x)$	$\mu(x)/x$	$(\mu(x)/x)^2$
Volume Pipet Ukur 5 mL ($\mu(Vc1)$)	5	mL	0,0126	0,0025	0,0000
Volume Pipet Ukur 10 mL ($\mu(Vc2)$)	10	mL	0,0213	0,0021	0,0000
Volume Labu Ukur 50 mL ($\mu(Vc3)$)	50	mL	0,0390	0,0008	0,0000
Presisi ($\mu(p)$)	1	%	0,1131	0,1131	0,0128
Akurasi ($\mu(R)$)	0,7062	%	0,5367	0,7600	0,5776
Neraca ($\mu(k)$)	3	gram	0,0001	0,0000	0,0000
Kurva Kalibrasi ($\mu(Cx)$)	20,3924	mg/Kg	5,2776	0,2588	0,0670
	Σ				0,6574
	Cx				1,2237
	$\sqrt{\quad}$				0,8108
	μc				0,9921
	μ				1,9843

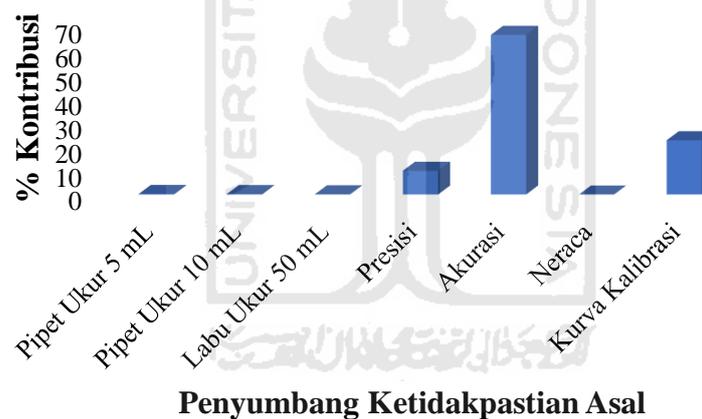
Tabel 4.7 Nilai Estimasi Ketidakpastian Destruksi Basah

Ketidakpastian Asal	Nilai (x)	Satuan	$\mu(x)$	$\mu(x)/x$	$(\mu(x)/x)^2$
Volume Pipet Ukur 5 mL ($\mu(Vc1)$)	5	mL	0,0126	0,0025	0,0000
Volume Pipet Ukur 10 mL ($\mu(Vc2)$)	10	mL	0,0213	0,0021	0,0000
Volume Labu Ukur 50 mL ($\mu(Vc3)$)	50	mL	0,0390	0,0008	0,0000
Presisi ($\mu(p)$)	1	%	0,3314	0,3314	0,1098
Akurasi ($\mu(R)$)	1,0008	%	0,9185	0,9178	0,8423
Neraca ($\mu(k)$)	0.5	gram	0,0001	0,0002	0,0000
Kurva Kalibrasi ($\mu(Cx)$)	64,2137	mg/Kg	7,9225	0,1234	0,0152
	Σ				0,9674
	Cx				0,6419
	$\sqrt{\quad}$				0,9835
	μc				0,6313
	μ				1,2627

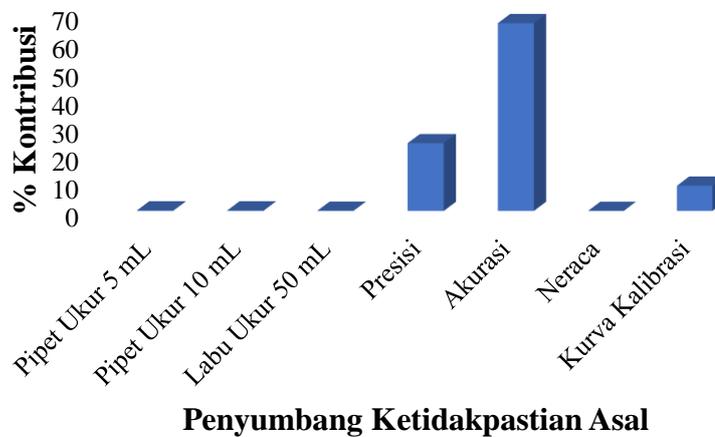
Berdasarkan perhitungan nilai ketidakpastian diperluas pada destruksi kering diperoleh sebesar 1,9843; sedangkan nilai yang diperoleh pada destruksi basah

sebesar 1,2627. Pengukuran nilai ketidakpastian perlu dilakukan karena untuk mengetahui kesalahan-kesalahan yang mungkin terjadi ada validasi metode yang telah dilakukan tersebut. Dilihat dari nilai estimasi ketidakpastian diperluas yang didapatkan dari kedua destruksi tersebut nilai ketidakpastian yang lebih kecil yaitu destruksi basah.

Penentuan nilai ketidakpastian pengukuran sudah diperoleh, langkah berikutnya adalah mengidentifikasi penyumbang terbesar ketidakpastian dari faktor penyumbang ketidakpastian asal. Faktor-faktor penyumbang ketidakpastian ditentukan persen kontribusinya dan dicari variabel yang mempunyai nilai kontribusi terbesar. Diagram penyebaran sumber-sumber ketidakpastian pada validasi metode pengujian Fe pada tepung terigu dengan destruksi kering dan basah secara SSA ditampilkan pada Gambar 4.3. dan 4.4.



Gambar 4.3 Diagram Kontribusi Ketidakpastian Pengukuran pada destruksi Kering



Gambar 4.4 Diagram Kontribusi Ketidakpastian Pengukuran pada Destruksi Basah

Penentuan kontribusi terbesar pada kontribusi ketidakpastian perlu dilakukan. Hal ini bertujuan untuk mengetahui variabel yang menyumbangkan pengaruh terbesar dalam penentuan ketidakpastian. Adapun variabel yang menyumbangkan ketidakpastian tersebut pada penelitian ini berasal dari ketidakpastian akurasi atau kecermatan. Parameter ketidakpastian yang dihasilkan pada akurasi dengan destruksi kering dan destruksi basah sebesar 66,8206 % dan 66,5929%. Apabila akan dilakukan validasi metode ulang sebaiknya dilakukan oleh analis yang kompeten dan lebih hati-hati lagi dalam penambahan larutan standar dengan memipet secara teliti atau dalam meletakkan sampel saat proses destruksi sebaiknya diberi jarak sehingga apabila terjadi letupan antara sampel dengan yang lainnya tidak saling tercampur. Hal ini perlu dilakukan supaya nilai ketidakpastian akurasi ini bisa diperkecil.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil dan pembahasan dari pengujian yang telah dilakukan yaitu penentuan konsentrasi besi (Fe) dengan perbandingan destruksi kering dan basah secara metode spektrofotometer serapan atom adalah sebagai berikut :

1. Pengujian besi (Fe) dalam tepung terigu secara spektrofotometer serapan atom sesuai dengan SNI 3751:2009 dengan perbandingan destruksi kering dan basah masing-masing diperoleh kadar sebesar 20,2934 mg/Kg dan 64,2137 mg/Kg. Hasil yang sesuai dengan syarat mutu SNI 3751:209 yaitu penentuan besi dengan destruksi basah.
2. Pengaruh destruksi kering dan destruksi basah terhadap validasi penentuan besi dalam tepung terigu secara spektrofotometer serapan atom meliputi Linearitas dengan persamaan yang didapatkan $y = 0,0893x + 0,0193$; LOD & LOQ diperoleh sebesar 0,3954 mg/L dan 1,3179 mg/L; Nilai yang diperoleh dari destruksi kering presisi sebesar 1,4679%; akurasi sebesar 70,62% dan nilai estimasi ketidakpastian 1,9843. Sedangkan Nilai yang diperoleh dari destruksi basah presisi sebesar 1,3653%; akurasi sebesar 100,08% dan nilai estimasi ketidakpastian 1,2627. Dari hasil yang diperoleh dari kedua tersebut dapat disimpulkan bahwa metode yang lebih baik dan efektif adalah destruksi basah

5.2 Saran

Berdasarkan hasil validasi metode penentuan kadar besi pada tepung terigu secara SSA di Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri Semarang sangat disarankan menggunakan metode destruksi basah. Hal ini dikarenakan mempunyai selektivitas yang tinggi, memerlukan waktu yang lebih singkat, dan mudah sehingga dapat meminimalisir kesalahan yang terjadi dari berbagai hal. Penambahan asam nitrat dan pemanasan dengan suhu yang tinggi pada destruksi kering perlu diperhatikan agar tidak terlalu banyak pengurangan saat preparasi karena terjadinya letupan. Apabila akan dilakukan validasi pada metode destruksi ini sebaiknya dilakukan oleh analis yang kompeten. Hal ini perlu dilakukan supaya

nilai ketidakpastian pengulangan bisa diperkecil. Sebaiknya pengujian dilakukan lebih teliti dan berhati-hatu agar lebih mengurangi rentang kesalahan.



DAFTAR PUSTAKA

- AOAC, 2005, *Official Methods of Analysis Association of Official Analytical Chemis*, Washington DC.
- AOAC, 2012, *Official Methods of Analysis of The Association Agricultural Chemist*, Washington DC.
- AOAC, 2013, *AOAC Official Methods of Analysis, Appendix K : Guidelines For Single Laboratory Validation Of Chemical Methods For Dietary Supplements And Botanical*, AOAC International, AOAC International.
- APVMA, 2004, *Guidelines For The Validation Of Analytical Methods For Active Constituent Agricultural and Veterinary Chemical Product*, Kingston APVMA, Australia.
- Badan Stadarisasi Nasional (SNI) 3751-2009. *Tepung Terigu Sebagai Bahan Makanan*. Badan Standarisasi Nasional, Jakarta.
- Belitz, H. D. and W. Grosch., 2009, *Food Chemistry*, Second Edition, Spinger Berlin Berlin
- Buckle, K., 1985, *Ilmu Pangan Cetakan Pertama*, Jakarta : Penerbit UI-Press
- Cantle JE. 1982. *Techinque and Instrumentation in Analytical Chemistry*. Vol. 5 *Atomic Absorption Spectrometry*. Amsterdam: Elsvier Scientific Publishing Company. 270
- Chan. 2004. *Analytical Method Validationand Instrumental Performent Verification*. Inc. Publication.
- Day, R A, dan Underwood, A L., (2002), *Analsis Kimia Kuantitatif* Edisi Keenam, Erlangga, Jakarta
- Ermer, M. 2006. *Method Validation in Pharmaceutical Analysis : A guide to best practice*. New Jersey: John Wiley & Sons.

- Eurachem/Citac Guide CG4, 2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement* (Ellson S. L.R., Rosslein, M & William, A Editor) (Second edition), UK: Departemen of Trade and Industry as Part of National Measurement System Valid Analytical Measurement (VAM) Programme.
- Gandjar, I. G. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Pelaksanaannya. Pharmaceutical Sciences and Research (PSR)*. 1 (3) : 117-135.
- Khaira, Kuntum. 2013. *Penentuan Kadar Besi (Fe) Air Sumur dan Air PDAM dengan Metode Spektrofotometri. Jurnal Sainstek Vol. V No.1: 17-23, Juni 2013*
- Khopkar, S.M., 2002. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI Press.
- Mandriwati. (2008). *Asuhan Kebidanan Ibu Hamil*. ECG. Jakarta
- Poedjiadi, Anna., 1994, *Dasar-Dasar Biokimia*, 418; 414, Universitas Indonesia, Jakarta
- Prawirohardjo. 2009. *Ilmu Kebidanan*. Jakarta: Bina Pustaka Sarwono Prawirohadrjo
- Raimon. 1993. *Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Lokakarya Nasional Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia Yogyakarta
- Ramli. 2007. *Analisis Kadar Kalsium (Ca) dan Besi (Fe) Pada Bawang Merah yang Beredar di Pasaran Secara Spektroskopis Serapan Atom, Skripsi*. Makasar: FMIPA UNM Makasar
- Riyanto, 2014, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*, Yogyakarta: Deepublish.
- Rohman. 2007. *Kimia Analisis Farmasi Cetakan Pertama*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

Rusnawati. 2018. *Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Destruksi Kering Terhadap Analisis Logam Berat Timbal (Pb) pada Tanaman Rumput Bebek (Lemna minor)*. Prosiding Seminar Nasional Kimia 2018

Sumardi. 1981. *Metode Destruksi Contoh Secara Kering Dalam Analisa Unsur-Unsur Fe-Cu-Mn dan Zn Dalam Contoh-Contoh Biologis*. Prosiding Seminar Nasional Metode Analisis. Lembaga Kimia Nasional. Jakarta: LIPI.

Tetrasari & Hermini, 2003, *Validasi Metode Analisis*, Pusat Pengkajian Obat dan Makanan BPOM.

Winarno, F. G. 2004. *Kimia Pangan Dan Gizi*. Jakarta: Pt Gramedia Pustaka Utama.



LAMPIRAN

Lampiran 1. Penentuan Kadar Besi dalam Tepung Terigu secara Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

1. Destruksi Kering

Absorbansi	Massa Sampel (Kg)	Konsentrasi Fe (mg/L)	FP	Volume Sampel (L)	Kadar (mg/Kg)
0.1339	0.0030	1.2247	1	0.05	20.4089
0.1329	0.0030	1.2143	1	0.05	20.2356
0.1324	0.0030	1.2091	1	0.05	20.1490
0.1320	0.0030	1.2050	1	0.05	20.0807
0.1361	0.0030	1.2476	1	0.05	20.7906
0.1331	0.0030	1.2160	1	0.05	20.2640
0.1393	0.0030	1.2493	1	0.05	20.8189

Perhitungan Kadar dalam mg/Kg :

$$\text{Kadar Fe (mg/Kg)} = \frac{C \times fp \times V}{m}$$

C = Konsentrasi Fe (mg/L)

Fp = Faktor Pengenceran

V = Volume Sampel (L)

m = Massa Sampel (Kg)

a. Pengulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{1,2247 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,003 \text{ Kg}} \\ &= 20.4089 \text{ mg/Kg} \end{aligned}$$

b. Pengulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{1,2143 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,003 \text{ Kg}} \\ &= 20.2356 \text{ mg/Kg} \end{aligned}$$

c. Pengulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{1,2091 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,003 \text{ Kg}} \\ &= 20.1490 \text{ mg/Kg} \end{aligned}$$

d. Pengulangan 4

$$\begin{aligned}\text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{1,2050 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,003 \text{ Kg}} \\ &= 20.0807 \text{ mg/Kg}\end{aligned}$$

e. Pengulangan 5

$$\begin{aligned}\text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{1,2476 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,003 \text{ Kg}} \\ &= 20,7906 \text{ mg/Kg}\end{aligned}$$

f. Pengulangan 6

$$\begin{aligned}\text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{1,2160 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,003 \text{ Kg}} \\ &= 20,2640 \text{ mg/Kg}\end{aligned}$$

g. Pengulangan 7

$$\begin{aligned}\text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{1,2493 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,003 \text{ Kg}} \\ &= 20,8189 \text{ mg/Kg}\end{aligned}$$

2. Destruksi Basah

Absorbansi	Massa Sampel (kg)	Konsentrasi Fe (mg/L)	FP	Volume Sampel (L)	Kadar (mg/Kg)
0,0776	0.0005	0.6400	1	0.05	63.9616
0,0762	0.0005	0.6484	1	0.05	64.8011
0,0781	0.0005	0.6452	1	0.05	64.4813
0,0791	0.0005	0.6556	1	0.05	65.5207
0,0764	0.0005	0.6276	1	0.05	63.1221
0,0759	0.0005	0.6450	1	0.05	64.4613
0,0747	0.0005	0.6316	1	0.05	63.1221

a. Pengulangan 1

$$\begin{aligned}\text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{0,6400 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 63,9616 \text{ mg/Kg}\end{aligned}$$

b. Pengulangan 2

$$\begin{aligned}\text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{0,6484 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 64,8011 \text{ mg/Kg}\end{aligned}$$

c. Pengulangan 3

$$\begin{aligned}\text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{0,6452 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 64.4813 \text{ mg/Kg}\end{aligned}$$

d. Pengulangan 4

$$\begin{aligned}\text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{0,6556 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 65.5207 \text{ mg/Kg}\end{aligned}$$

e. Pengulangan 5

$$\begin{aligned}\text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{0,6556 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 63.1221 \text{ mg/Kg}\end{aligned}$$

f. Pengulangan 6

$$\begin{aligned}\text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{0,6556 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 64.4613 \text{ mg/Kg}\end{aligned}$$

g. Pengulangan 7

$$\begin{aligned}\text{Kadar Fe (mg/Kg)} &= \frac{0,6556 \text{ mg/L} \times 1 \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 63.1221 \text{ mg/Kg}\end{aligned}$$

Lampiran 2. Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi Standar

1. Perhitungan larutan deret standar Fe

1) 0 mg/L standar dari larutan induk Fe 100 mg/L dalam labu ukur 50 mL

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0 \text{ mL}$$

2) 1 mg/L standar dari larutan induk Fe 100 mg/L dalam labu ukur 50 mL

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 1 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

3) 2 mg/L standar dari larutan induk Fe 100 mg/L dalam labu ukur 50 mL

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

4) 3 mg/L standar dari larutan induk Fe 100 mg/L dalam labu ukur 50 mL

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 3 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1,5 \text{ mL}$$

5) 4 mg/L standar dari larutan induk Fe 100 mg/L dalam labu ukur 50 mL

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

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

6) 5 mg/L standar dari larutan induk Fe 100 mg/L dalam labu ukur 50 mL

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

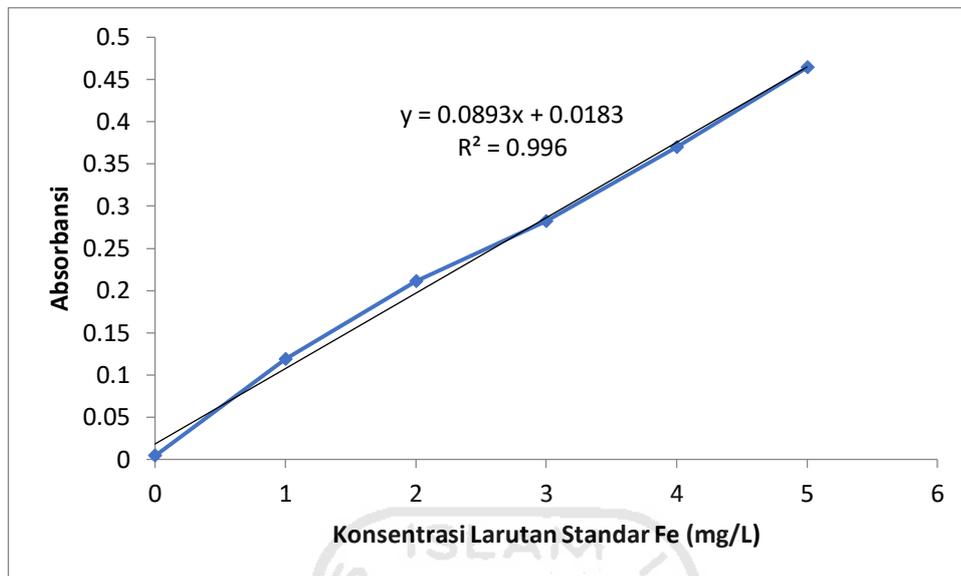
$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

2. Konsentrasi Larutan Standar Besi dengan Absorbansi

Konsentrasi Standar (mg/L)	Absorbansi
0	0,0042
1	0,1184
2	0,2107
3	0,2819
4	0,3701
5	0,4641

3. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fe



Persamaan linear yang diperoleh :

$$y = ax + b$$

$$y = 0,0893x + 0,0183$$

koefisien determasi (R^2) = 0,996

koefisien kolerasi (r) = 0,998

Lampiran 3. Penentuan Limit Of Detection (LOD) dan Limit Of Quantitation (LOQ)

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (y)	y_i	$y - y_i$	$(y - y_i)^2$
0	0.0042	0.0183	-0.0141	0.0002
1	0.1184	0.1076	0.0108	0.0001
2	0.2107	0.1969	0.0138	0.0002
3	0.2819	0.2862	-0.0043	0.0000
4	0.3701	0.3755	-0.0054	0.0000
5	0.4641	0.4648	-0.0007	0.0000
Σ				0.0006
$S_{y/x}$				0.0118
LOD (mg/L)				0.3954
LOQ (mg/L)				1.3179

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (y-y_i)^2}{n-2}}$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{0.0006}{6-2}}$$

$$S_{y/x} = 0.0118$$

$$LOD = \frac{3 \times S_{y/x}}{Slope}$$

$$LOD = \frac{3 \times 0.0118}{0,0893}$$

$$LOD = 0,3954 \text{ mg/L}$$

$$LOQ = \frac{10 \times S_{y/x}}{Slope}$$

$$LOQ = \frac{10 \times 0.0118}{0,0893}$$

$$LOQ = 1,3179 \text{ mg/L}$$

Lampiran 4. Penentuan Presisi

1. Penentuan Presisi Destruksi Kering

Pengulangan	Absorbansi	Kadar (mg/Kg) (X)	(X - \bar{X})	(X - \bar{X}) ²
1	0.1339	20.4089	0.0165	0.0003
2	0.1329	20.2356	-0.1568	0.0246
3	0.1324	20.1490	-0.2434	0.0593
4	0.1320	20.0807	-0.3117	0.0972
5	0.1361	20.7906	0.3982	0.1585
6	0.1331	20.2640	-0.1284	0.0165
7	0.1393	20.8182	0.4258	0.1813
\bar{X}		20.3924	$\sum (X - \bar{X})^2$	0.5376
SD		0.2993		
RSD		1.4679		

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

$$SD = \sqrt{\frac{0,5376}{7-1}}$$

$$SD = 0,2993$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100$$

$$\%RSD = \frac{0,2993}{20,2934} \times 100$$

$$\%RSD = 1,4679 \%$$

2. Penentuan Presisi Destruksi Basah

Pengulangan	Absorbansi	Kadar (mg/Kg) (X)	(X - \bar{X})	(X - \bar{X}) ²
1	0.0776	63.9616	-0.2521	0.0635
2	0.0762	64.8011	0.5874	0.3451
3	0.0781	64.4813	0.2676	0.0716
4	0.0791	65.5207	1.3070	1.7083
5	0.0764	63.1221	-1.0916	1.1915
6	0.0759	64.4742	0.2605	0.0679
7	0.0747	63.1347	-1.0790	1.1642
\bar{X}		64.2137	$\sum (X - \bar{X})^2$	4.6121
SD		0.8767		
RSD		1.3653		

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

$$SD = \sqrt{\frac{4,6121}{7-1}}$$

$$SD = 0,8767$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100$$

$$\%RSD = \frac{0,8767}{64,2137} \times 100$$

$$\%RSD = 1,3653 \%$$

Lampiran 5. Penentuan Akurasi

1. Penentuan Akurasi Destruksi Kering

Absorbansi	Konsentrasi Spike (mg/L)	Konsentrasi Sampel (mg/L)	Konsentrasi Target (mg/L)	%Recovery
0,1746	1.6474	1.2237	0.6	70.62

$$C_s = \frac{\text{volume standar yang ditambahkan} \times \text{konsentrasi standar}}{\text{volume total}}$$

$$C_s = \frac{0,3 \text{ mL} \times 100 \text{ mg/L}}{50 \text{ mL}}$$

$$C_s = 0,6 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Recovery} &= \frac{C_{\text{Spike}} - C_{\text{Sampel}}}{C_{\text{Target}}} \\ &= \frac{1,6474 \text{ mg/L} - 1,2237 \text{ mg/L}}{0,6 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 70,62\% \end{aligned}$$

2. Penentuan Akurasi Destruksi Basah

Absorbansi	Konsentrasi Spike (mg/L)	Konsentrasi Sampel (mg/L)	Konsentrasi Target (mg/L)	%Recovery
0,1356	1.2424	0.6419	0.6	100.08

$$C_s = \frac{\text{volume standar yang ditambahkan} \times \text{konsentrasi standar}}{\text{volume total}}$$

$$C_s = \frac{0,3 \text{ mL} \times 100 \text{ mg/L}}{50 \text{ mL}}$$

$$C_s = 0,6 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Recovery} &= \frac{C_{\text{Spike}} - C_{\text{Sampel}}}{C_{\text{Target}}} \\ &= \frac{1,2424 \text{ mg/L} - 0,6419 \text{ mg/L}}{0,6 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 100,08\% \end{aligned}$$

Lampiran 6. Penentuan Estimasi Ketidakpastian

1. Ketidakpastian volume contoh (μV_c)

- a. Ketidakpastian volume pipet ukur 5 mL

Ketidakpatian kalibrasi

$$\mu(V) = \frac{V}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(V) = \frac{0,03}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(V) = 0,0122$$

ketidakpastian faktor muai

$$\mu(T) = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{3}}$$

$$\mu(T) = \frac{5 \text{ mL} \times 0,0002 \times (25 - 20)}{\sqrt{3}}$$

$$\mu(T) = 0,0030$$

ketidakpastian volume contoh

$$\mu V_c = \sqrt{\mu(V)^2 + \mu(T)^2}$$

$$\mu V_c = \sqrt{(0,0122)^2 + (0,0030)^2}$$

$$\mu V_c = 0.0126$$

- b. Ketidakpastian volume pipet ukur 10 mL

Ketidakpatian kalibrasi

$$\mu(V) = \frac{V}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(V) = \frac{0,05}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(V) = 0,0204$$

ketidakpastian faktor muai

$$\mu(T) = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{3}}$$

$$\mu(T) = \frac{10 \text{ mL} \times 0,0002 \times (25 - 20)}{\sqrt{3}}$$

$$\mu(T) = 0,0061$$

ketidakpastian volume contoh

$$\mu V_c = \sqrt{\mu(V)^2 + \mu(T)^2}$$

$$\mu V_c = \sqrt{(0,0204)^2 + (0,0061)^2}$$

$$\mu V_c = 0.0126$$

a. Ketidakpastian volume labu ukur 50 mL

Ketidakpatian kalibrasi

$$\mu(V) = \frac{V}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(V) = \frac{0,06}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(V) = 0,0245$$

ketidakpastian faktor muai

$$\mu(T) = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{3}}$$

$$\mu(T) = \frac{50 \text{ mL} \times 0,0002 \times (25 - 20)}{\sqrt{3}}$$

$$\mu(T) = 0,0303$$

ketidakpastian volume contoh

$$\mu V_c = \sqrt{\mu(V)^2 + \mu(T)^2}$$

$$\mu V_c = \sqrt{(0,0245)^2 + (0,0303)^2}$$

$$\mu V_c = 0.0390$$

2. Ketidapkastian Neraca

$$\mu(k) = \frac{S}{\sqrt{2}}$$

$$\mu(k) = \frac{0,0002}{\sqrt{2}}$$

$$\mu(k) = 0,0001$$

3. Ketidakpastian Kurva kalibrasi

Konsentrasi (mg/L) (C)	Absorbansi (yi)	X-Xbar	(X-Xbar) ²	yc	yi-yc	(yi-yc) ²
0	0.0042	-2.5	6.25	0.0183	-0.0141	0.0002
1	0.1184	-1.5	2.25	0.1076	0.0108	0.0001
2	0.2107	-0.5	0.25	0.1969	0.0138	0.0002
3	0.2819	0.5	0.25	0.2862	-0.0043	0.0000
4	0.3701	1.5	2.25	0.3755	-0.0054	0.0000
5	0.4641	2.5	6.25	0.4648	-0.0007	0.0000
Rata-rata	0.2416			0.2416		
Σ			17.5			0.0006

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\Sigma(y_i - y_c)^2}{n-2}}$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{0,0006}{6-2}}$$

$$S_{y/x} = 0,0118$$

$$\mu(C_x) = \frac{S_{y/x}}{\text{slope}} + \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(y_{\text{Sampel}} - y_{\text{Standar}})^2}{(\text{slope})^2 \times \Sigma(X_i - X_{\text{bar}})^2}}$$

p = jumlah pengulangan larutan sampel

n = jumlah pengukuran larutan standar

y sampel = absorbansi sampel rata-rata

y standar = absorbansi standar rata-rata

a. Ketidakpastian Kurva Kalibrasi destruksi kering

$$\mu(C_x) = \frac{S_{y/x}}{\text{slope}} + \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(y_{\text{Sampel}} - y_{\text{Standar}})^2}{(\text{slope})^2 \times \Sigma(X_i - X_{\text{bar}})^2}}$$

$$\mu(C_x) = \frac{0,0118}{0,0893} + \sqrt{\frac{1}{1} + \frac{1}{6} + \frac{(0,1342 - 0,2416)^2}{(0,0893)^2 \times 17,5}}$$

$$\mu(C_x) = 0,1318 + 5,1458$$

$$\mu(C_x) = 5,2776$$

b. Ketidakpastian kurva kalibrasi destruksi basah

$$\mu(C_x) = \frac{S_{y/x}}{\text{slope}} + \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(y_{\text{Sampel}} - y_{\text{Standar}})^2}{(\text{slope})^2 \times \Sigma(X_i - X_{\text{bar}})^2}}$$

$$\mu(C_x) = \frac{0,0118}{0,0893} + \sqrt{\frac{1}{1} + \frac{1}{6} + \frac{(0,0769 - 0,2416)^2}{(0,0893)^2 \times 17,5}}$$

$$\mu(C_x) = 0,1318 + 7,7907$$

$$\mu(Cx) = 7,9225$$

4. Ketidakpastian Presisi

$$\mu(p) = \frac{SD}{\sqrt{n}}$$

SD = Standar Deviasi

n = jumlah pengulangan

- a. Ketidakpastian presisi destruksi kering

$$\mu(p) = \frac{SD}{\sqrt{n}}$$

$$\mu(p) = \frac{0,2993}{\sqrt{7}}$$

$$\mu(p) = 0,1131$$

- b. Ketidakpastian presisi destruksi basah

$$\mu(p) = \frac{SD}{\sqrt{n}}$$

$$\mu(p) = \frac{0,8757}{\sqrt{7}}$$

$$\mu(p) = 0,3314$$

5. Ketidakpastian Recovery

$$\mu(R) = \sqrt{\frac{\frac{SD}{\sqrt{3}}}{\text{Konsentrasi Observasi}}}$$

SD = Standar Deviasi

Konsentrasi Observasi = konsentrasi Spike + Sampel

- a. Ketidakpastian recovery destruksi kering

$$\mu(R) = \sqrt{\frac{\frac{SD}{\sqrt{3}}}{\text{Konsentrasi Observasi}}}$$

$$\mu(R) = \sqrt{\frac{\frac{0,2993}{\sqrt{3}}}{0,6}}$$

$$\mu(R) = 0,5376$$

- b. Ketidakpastian recovery destruksi basah

$$\mu(R) = \sqrt{\frac{\frac{SD}{\sqrt{3}}}{\text{Konsentrasi Observasi}}}$$

$$\mu(R) = \sqrt{\frac{0,8767}{\frac{\sqrt{3}}{0,6}}}$$

$$\mu(R) = 0,9185$$

6. Ketidakpastian gabungan

a. Ketidakpastian gabungan destruksi kering

$$\mu(C) = \pm Cx \sqrt{\left(\frac{\mu Vc}{Vc}\right)^2 + \left(\frac{\mu K}{k}\right)^2 + \left(\frac{\mu P}{p}\right)^2 + \left(\frac{\mu R}{p}\right)^2 + \left(\frac{\mu Cx}{Cx}\right)^2}$$

$$\mu(C) = \pm 1,2237 \sqrt{\left(\frac{0,0126}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,0213}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,0390}{50}\right)^2 + \left(\frac{0,1131}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,5367}{0,7062}\right)^2 + \left(\frac{0,0001}{3}\right)^2 + \left(\frac{5,2776}{20,3924}\right)^2}$$

$$\mu(c) = \pm 1,2237 \sqrt{0,6574}$$

$$\mu(c) = \pm 0,9921$$

ketidakpastian diperluas

$$\mu = \mu(c) \times 2$$

$$\mu = \pm 0,9921 \times 2$$

$$\mu = \pm 1,9843$$

b. Ketidakpastian gabungan destruksi basah

$$\mu(C) = \pm Cx \sqrt{\left(\frac{\mu Vc}{Vc}\right)^2 + \left(\frac{\mu K}{k}\right)^2 + \left(\frac{\mu P}{p}\right)^2 + \left(\frac{\mu R}{p}\right)^2 + \left(\frac{\mu Cx}{Cx}\right)^2}$$

$$\mu(C) = \pm 0,6419 \sqrt{\left(\frac{0,0126}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,0213}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,0390}{50}\right)^2 + \left(\frac{0,3314}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,9185}{1,0008}\right)^2 + \left(\frac{0,0001}{0,5}\right)^2 + \left(\frac{7,9225}{64,2137}\right)^2}$$

$$\mu(c) = \pm 0,6419 \sqrt{0,9674}$$

$$\mu(c) = \pm 0,6313$$

ketidakpastian diperluas

$$\mu = \mu(c) \times 2$$

$$\mu = \pm 0,6313 \times 2$$

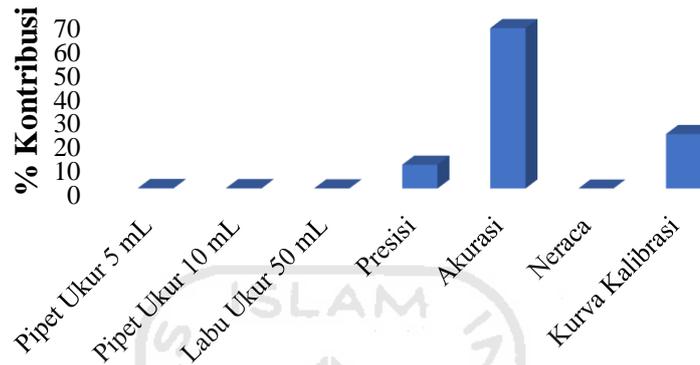
$$\mu = \pm 1,2627$$

7. Kontribusi Ketidakpastian Asal

a. Destruksi Kering

Ketidakpastian Asal	$\mu(x)/x$	Kontribusi (%)
Pipet Ukur 5 mL	0,0025	0,2216
Pipet Ukur 10 mL	0,0021	0,1873
Labu Ukur 50 mL	0,0008	0,0686

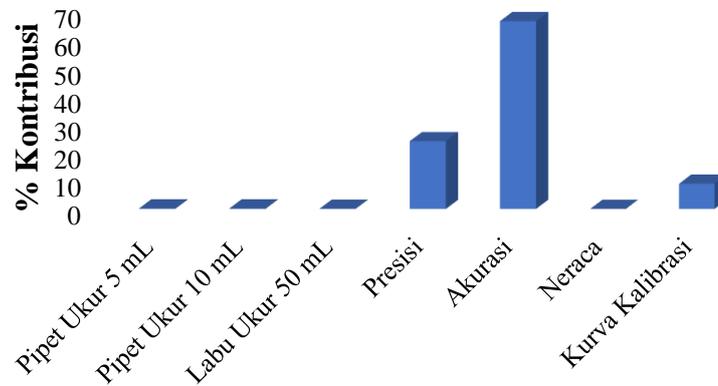
Presisi	0,1131	9,9442
Akurasi	0,7600	66,8206
Neraca	0,0000	0,0029
Kurva Kalibrasi	0,2588	22,7549
Jumlah	1,1373	100



Penyumbang Ketidakpastian Asal

b. Destruksi Basah

Ketidakpastian Asal	$\mu(x)/x$	Kontribusi (%)
Pipet Ukur 5 mL	0,0025	0,2216
Pipet Ukur 10 mL	0,0021	0,1873
Labu Ukur 50 mL	0,0008	0,0686
Presisi	0,3314	9,9442
Akurasi	0,9178	66,8206
Neraca	0,0002	0,0029
Kurva Kalibrasi	0,1234	22,7549
Jumlah	1,1373	100



Penyumbang Ketidakpastian Asal

