

Pengelolaan Data Analisis Pangan

Dr.Ir. Nuri Andarwulan, M.Si.

Dr.Ir. Feri Kusnandar, M.Sc.

Dian Herawati, STP.



PENDAHULUAN

Analisis pangan adalah salah satu subbidang ilmu pangan yang berhubungan dengan cara-cara atau metode analitis dalam mendeteksi dan menetapkan komponen-komponen yang terdapat dalam bahan pangan baik segar maupun olahan. Pengetahuan ini sangat dibutuhkan oleh ahli ilmu dan teknologi pangan, terutama untuk menentukan apakah suatu bahan atau produk pangan mengandung komponen-komponen yang berbahaya atau tidak.

Pengetahuan tentang analisis pangan menjadi lebih penting dengan adanya perkembangan yang pesat dalam teknologi pangan. Dengan teknologi pangan, bahan pangan dapat diproses, dimodifikasi, diperbaiki, dimanipulasi menjadi suatu produk yang sering sifat-sifatnya sudah berubah sama sekali dari aslinya. Dengan analisis pangan diharapkan setiap perkembangan ini dapat diikuti sehingga produk-produk yang dihasilkan tersebut tetap dapat dipantau segi keamanannya bagi konsumen di samping segi mutu yang sangat mempengaruhi perdagangannya.

Analisis pangan menghasilkan data-data yang sangat dibutuhkan untuk mendukung suatu keputusan dalam menentukan mutu pangan ataupun tingkat keamanannya. Oleh karena itu, analisis harus dilakukan dengan baik agar data yang diperoleh mempunyai ketepatan dan ketelitian yang tinggi serta dapat dipertanggungjawabkan kebenarannya. Selain itu data-data yang diperoleh harus dilaporkan sesuai dengan kaidah yang ada agar tidak menimbulkan kesalahan dalam menginterpretasikannya.

Modul 1 akan membahas tentang aturan-aturan praktek di laboratorium, evaluasi data serta penyajian data dalam analisis bahan dan produk pangan. Pembahasan dibagi menjadi tiga kegiatan belajar, yaitu:

1. *Good Laboratory Practices* (GLP);
2. Evaluasi data hasil analisis;
3. Penyajian data analisis.

Setelah mempelajari Modul 1 ini Anda diharapkan akan dapat menjelaskan tentang aturan-aturan, prosedur-prosedur, dan praktek-praktek di laboratorium yang baik, cara-cara untuk mengevaluasi data analisis yang dihasilkan serta penyajian data analisis bahan dan produk pangan.

KEGIATAN BELAJAR 1***Good Laboratory Practices (GLP)***

Good Laboratory Practices (GLP) adalah aturan-aturan, prosedur-prosedur, dan praktek-praktek di laboratorium yang cukup untuk menjamin mutu dan integritas data analitis yang dikeluarkan oleh laboratorium tersebut. Peraturan-peraturan yang menyangkut GLP ini dikeluarkan pada bulan Desember 1978 oleh U.S. *Food and Drug Administration* (US-FDA) yang pada prinsipnya meliputi hal-hal sebagai berikut.

1. Organisasi dan personalia (personil, manajemen fasilitas pengujian, dan unit jaminan mutu).
2. Fasilitas (umum, fasilitas pemeliharaan hewan percobaan, fasilitas suplai hewan, fasilitas untuk menangani bahan-bahan penguji dan pengontrol, laboratorium, fasilitas penyimpanan spesimen dan data, fasilitas administratif dan personil).
3. Peralatan (disain peralatan, perawatan dan kalibrasi).
4. Pengoperasian fasilitas pengujian (prosedur pengoperasian yang baku, larutan-larutan dan pereaksi, pemeliharaan hewan percobaan).
5. Bahan-bahan penguji dan pengontrol (karakterisasi bahan penguji dan pengontrol, penanganan bahan penguji dan pengontrol).
6. Manual pengoperasian laboratorium.
7. Pencatatan data dan pelaporan (pelaporan, penyimpanan dan penarikan kembali catatan dan data).

Pengalaman telah menunjukkan bahwa kekurangan-kekurangan serius yang terjadi dalam pengoperasian suatu laboratorium di antaranya adalah karena perhatian terhadap kerja yang bermutu sering terlupakan. Mengontrol dan menjamin mutu data laboratorium bukan merupakan pekerjaan yang sederhana. Di sini dibutuhkan pengelolaan yang baik yang didukung oleh seluruh personil yang bergabung di dalam kegiatan laboratorium tersebut. Tanggung jawab khusus perlu diberikan pada setiap personil laboratorium sehingga masing-masing tahu apa yang menjadi tugas dan tanggung

jawabnya. Pelatihan-pelatihan singkat maupun pelatihan-pelatihan jangka panjang perlu diberikan agar kompetensi personilnya meningkat.

Laboratorium analitis membutuhkan fasilitas yang cukup untuk melakukan kegiatan analitis serta bisnisnya. Salah satu hal yang penting dalam hubungannya dengan fasilitas adalah keselamatan laboratorium. Beberapa hal yang perlu mendapat perhatian sesuai dengan keselamatan laboratorium adalah sistem alarm kalau ada bahaya kebakaran, tempat penyimpanan pelarut yang mudah terbakar, tangki-tangki gas bertekanan, bahan kimia yang korosif, senyawa beracun, bahan kimia karsinogen dan sebagainya.

Manajemen peralatan sangat diperlukan dalam GLP karena tanpa ini program jaminan mutu laboratorium tidak akan pernah ada. Salah satu kegiatan yang penting sehubungan dengan manajemen peralatan ini adalah suatu kegiatan yang disebut perawatan pencegahan (*preventive maintenance*). Perawatan pencegahan pada hakikatnya adalah suatu tindakan positif untuk mencegah gagalnya kerja suatu peralatan, dan sejauh mungkin menjamin bahwa peralatan tersebut bekerja dengan baik dan data yang dihasilkannya dapat dipertanggungjawabkan. Tindakan-tindakan yang termasuk dalam perawatan pencegahan ini adalah pengecekan spesifikasi instrumen sesuai dengan data yang diberikan perusahaan peralatan tersebut, kalibrasi, pembersihan, pelumasan, rekondisioning, penyetelan dan pengujian.

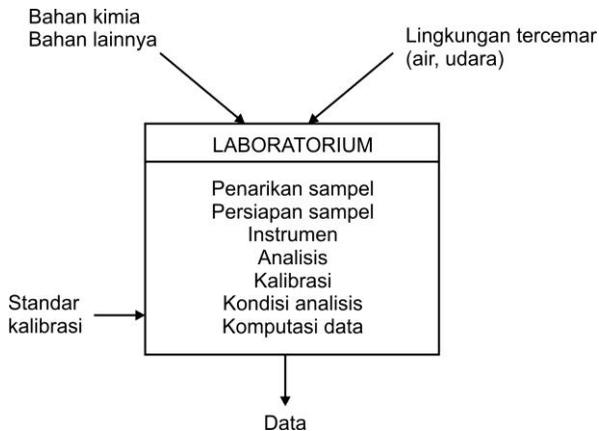
Program perawatan pencegahan sebetulnya lebih dari hanya sekedar perawatan yang pada umumnya bekerja untuk memperbaiki hal-hal yang sudah rusak. Lebih dari itu, program ini bertujuan justru mencegah terjadinya mal-fungsi di samping melakukan reparasi kecil-kecil dan penyetelannya pada waktu dan kesempatan yang baik. Menurut salah satu manual U.S. *Environment Protection Agency* (1976) pengaruh yang paling penting dari program perawatan pencegahan adalah meningkatkan sistem pengukuran, reliabilitas dan karenanya akan meningkatkan kelengkapan data. Sebaliknya, program perawatan pencegahan yang sangat jelek akan meningkatkan biaya-biaya perawatan serta menurunkan kelengkapan data. Dengan menerapkan program perawatan pencegahan beberapa kelebihan dapat dicatat sebagai berikut: keselamatan lebih besar, keragaman data hasil pengujian dapat dikurangi, waktu senggang karyawan menjadi berkurang, biaya perbaikan lebih rendah, pergantian suku cadang atau alat yang terlalu awal dapat

dikurangi, peralatan yang tidak bekerja menjadi berkurang, serta kepercayaan terhadap hasil analisis lebih tinggi.

Pencatatan dan pelaporan merupakan bagian yang tidak terpisahkan dalam GLP. Catatan dan laporan memberikan bukti nyata yang terdokumentasi yang menunjukkan bahwa program pengujian berjalan. Di samping itu dokumen seperti ini penting sebagai bahan evaluasi *performance* dan audit jaminan mutu.

A. FAKTOR-FAKTOR YANG MEMPENGARUHI DATA ANALITIK LABORATORIUM

Berbagai faktor dapat mempengaruhi ketelitian data akhir pengujian yang dilakukan di laboratorium. Diagram pada **Gambar 1.1.** menunjukkan faktor-faktor tersebut dan bagaimana mereka saling berhubungan. Terlihat bahwa penarikan sampel, persiapan sampel, instrumen yang digunakan, analisis yang melakukan pengujian, kalibrasi, kondisi analisis dan komputasi data merupakan faktor-faktor yang berasal dari laboratorium di mana analisis dilakukan. Sedangkan faktor-faktor seperti bahan kimia dan bahan habis lainnya, standar untuk kalibrasi dan lingkungan yang tercemar baik udara maupun air mungkin berasal dari luar laboratorium yang terbawa ke laboratorium sehingga dapat mempengaruhi data analitis akhir yang dipersiapkan.



Gambar 1.1.

Faktor-faktor dapat mempengaruhi ketelitian data akhir pengujian yang dilakukan di laboratorium

Oleh karena faktor-faktor tersebut merupakan titik kritis (*critical control points*) yang sangat menentukan data akhir pengujian maka seorang analisis sebelum masuk ke laboratorium harus menyadari dan sedapat mungkin menghindari kesalahan-kesalahan yang dapat ditimbulkannya. Seorang analis harus selalu menyiapkan segala sesuatu yang berhubungan dengan kegiatan analisisnya secara sistematis dan tercatat sehingga jika terjadi kesalahan-kesalahan yang tidak diinginkan dapat segera memperbaikinya.

Kebenaran dalam menyimpulkan suatu data yang diperoleh di laboratorium sangat ditentukan di antaranya oleh metode penarikan dan persiapan sampel yang dilakukan sebelum sampel tersebut dianalisis. Pada kenyataannya, penarikan sampel merupakan sumber kesalahan utama yang sering dilakukan dalam pengujian mutu di laboratorium. Suatu sampel yang ideal seharusnya identik dalam hal-hal sifat-sifatnya dengan seluruh bahan di mana sampel tersebut diambil. Meskipun demikian, dalam prakteknya sampel dianggap mewakili jika sifat-sifat yang diuji sesuai dengan bahan asalnya dalam batas-batas yang ditentukan oleh sifat-sifat analisis yang dilakukan.

Instrumen jelas berpengaruh terhadap data yang dikumpulkan selama pengujian, mengingat instrumen mempunyai karakteristik dan kepekaan sendiri. Meskipun kecanggihan suatu instrumen sering dihubungkan dengan ketelitian data yang didapat, namun ini tidak berarti bahwa semakin canggih suatu instrumen data yang diberikannya semakin benar, oleh karena bagaimanapun juga data yang diberikan sangat tergantung pada keahlian seorang analis dalam menggunakan instrumen tersebut yang sekaligus menginterpretasikan dalam bentuk data analitis. Di samping itu, kalibrasi yang seharusnya dilakukan secara rutin terhadap instrumen sangat menentukan kebenaran data yang diberikannya. Metode komputasi yang dilakukan oleh setiap analis sering merupakan sumber kesalahan dalam menyiapkan data yang benar.

Kondisi analisis yang dapat mempengaruhi performan peralatan/instrumen maupun kenyamanan analis dalam melakukan pekerjaan merupakan faktor-faktor lainnya yang tidak langsung berpengaruh terhadap data yang dikumpulkan di laboratorium.

Lingkungan tercemar baik air maupun udara sering mengganggu data yang didapat di laboratorium. Lebih-lebih lagi jika pengujian itu berhubungan dengan pengujian mutu mikrobiologi yang selayaknya dilakukan di dalam lingkungan yang bersih. Demikian pula, kemurnian bahan

kimia serta bahan lainnya serta standar kalibrasi sering berpengaruh terhadap data laboratorium.



LATIHAN

Untuk memperdalam pemahaman Anda mengenai materi di atas, kerjakanlah latihan berikut!

- 1) Jelaskan apa yang dimaksud dengan GLP!
- 2) Sebutkan hal-hal yang diatur dalam GLP menurut U.S. *Food and Drug Administration* (US-FDA)!
- 3) Jelaskan mengenai organisasi dan personalia pada suatu laboratorium yang disarankan dalam GLP!
- 4) Sebutkan fasilitas yang digunakan untuk keselamatan di laboratorium!
- 5) Jelaskan mengenai program perawatan pencegahan pada peralatan sesuai dengan GLP!
- 6) Jelaskan keuntungan yang diperoleh dengan menerapkan program perawatan pencegahan pada peralatan di laboratorium!
- 7) Jelaskan fungsi penyusunan catatan dan laporan bagi suatu laboratorium!
- 8) Jelaskan faktor-faktor yang mempengaruhi ketelitian data akhir pengujian yang dilakukan di laboratorium!

Petunjuk Jawaban Latihan

Untuk dapat menjawab soal-soal latihan di atas, Anda harus mempelajari kembali Kegiatan Belajar 1 tentang *Good Laboratory Practices* (GLP).



RANGKUMAN

1. GLP (*Good Laboratory Practices*) adalah aturan-aturan, prosedur-prosedur, dan praktek-praktek di laboratorium yang cukup untuk menjamin mutu dan integritas data analitis yang dikeluarkan oleh laboratorium tersebut.
2. Peraturan-peraturan yang menyangkut GLP dikeluarkan pada bulan Desember 1978 oleh U.S. *Food and Drug Administration* (US-FDA) yang pada prinsipnya meliputi: organisasi dan personalia,

fasilitas, peralatan, pengoperasian fasilitas pengujian, bahan-bahan pengujian dan pengontrol, manual pengoperasian laboratorium serta pencatatan data dan pelaporan.

3. Ketelitian data akhir pengujian yang dilakukan di laboratorium dipengaruhi oleh berbagai faktor baik faktor internal dan faktor eksternal. Faktor internal adalah faktor yang berasal dari dalam laboratorium yang terdiri atas penarikan sampel, persiapan sampel, instrumen yang digunakan, analisis yang melakukan pengujian, kalibrasi, kondisi analisis dan komputasi data. Sedangkan faktor eksternal berasal dari luar yang terbawa ke laboratorium seperti bahan kimia dan bahan habis lainnya, standar untuk kalibrasi dan lingkungan yang tercemar baik udara maupun air.



TES FORMATIF 1

Pilihlah satu jawaban yang paling tepat!

- 1) Aturan-aturan, prosedur-prosedur dan praktek-praktek di laboratorium yang cukup untuk menjamin mutu dan integritas data analitis yang dihasilkan disebut
 - A. GAP
 - B. GMP
 - C. GLP
 - D. GDP
- 2) Pengelolaan suatu laboratorium adalah menjadi tanggung jawab
 - A. analisis
 - B. pengolah data
 - C. manajer laboratorium
 - D. seluruh personil laboratorium
- 3) Di bawah ini adalah fasilitas yang dibutuhkan untuk menjaga keselamatan di laboratorium analisis pangan, *kecuali*
 - A. penyimpanan pelarut yang mudah terbakar
 - B. penyimpanan sampel
 - C. penyimpanan bahan kimia korosif
 - D. penyimpanan bahan kimia beracun

- 4) Di bawah ini adalah kegiatan yang termasuk dalam perawatan pencegahan pada peralatan di laboratorium, *kecuali*
 - A. kalibrasi
 - B. pembersihan
 - C. rekondisioning
 - D. perbaikan alat yang rusak

- 5) Keuntungan yang diperoleh dengan menerapkan program perawatan pencegahan pada peralatan di laboratorium, *kecuali*
 - A. meningkatkan kelengkapan data
 - B. mengurangi waktu senggang karyawan
 - C. meningkatkan biaya perawatan
 - D. biaya perbaikan lebih rendah

- 6) Pelaporan dan pencatatan yang dilakukan pada suatu laboratorium sangat dibutuhkan untuk, *kecuali*
 - A. bukti nyata berjalannya program pengujian
 - B. bahan evaluasi *performance*
 - C. audit jaminan mutu
 - D. menghindari kebocoran data

- 7) Faktor dari dalam laboratorium yang dapat mempengaruhi ketelitian data hasil pengujian, antara lain
 - A. kalibrasi
 - B. bahan kimia yang digunakan
 - C. standar untuk kalibrasi
 - D. lingkungan yang tercemar

- 8) Faktor dari luar laboratorium yang dapat mempengaruhi ketelitian data hasil pengujian, antara lain
 - A. kalibrasi
 - B. penarikan sampel
 - C. standar untuk kalibrasi
 - D. instrumen yang digunakan

- 9) Sampel yang akan digunakan untuk analisis
 - A. jumlahnya harus banyak
 - B. sesedikit mungkin
 - C. diambil dari bagian tertentu
 - D. mewakili sifat bahan yang diuji

- 10) Ketelitian data yang dihasilkan dari suatu laboratorium sangat ditentukan oleh
- A. kecanggihan alat
 - B. kalibrasi yang dilakukan secara rutin
 - C. rutinitas (seringnya dilakukan analisis)
 - D. metode komputasi

Cocokkanlah jawaban Anda dengan Kunci Jawaban Tes Formatif 1 yang terdapat di bagian akhir modul ini. Hitunglah jawaban yang benar. Kemudian, gunakan rumus berikut untuk mengetahui tingkat penguasaan Anda terhadap materi Kegiatan Belajar 1.

$$\text{Tingkat penguasaan} = \frac{\text{Jumlah Jawaban yang Benar}}{\text{Jumlah Soal}} \times 100\%$$

Arti tingkat penguasaan: 90 - 100% = baik sekali
80 - 89% = baik
70 - 79% = cukup
< 70% = kurang

Apabila mencapai tingkat penguasaan 80% atau lebih, Anda dapat meneruskan dengan Kegiatan Belajar 2. **Bagus!** Jika masih di bawah 80%, Anda harus mengulangi materi Kegiatan Belajar 1, terutama bagian yang belum dikuasai.

KEGIATAN BELAJAR 2

Evaluasi Data Hasil Analisis

Seorang analis di laboratorium seharusnya selalu berusaha untuk mendapatkan data hasil analisis yang benar. Meskipun demikian, tidak ada satu pun metode analisis di laboratorium yang bebas dari kesalahan mengingat banyaknya faktor yang mempengaruhi data yang diperoleh dari suatu analisis. Oleh karena itu setiap hasil analisis selalu saja terdapat di dalamnya suatu derajat ketidaktentuan. Meskipun demikian, hal ini tidak berarti bahwa analis yang bersangkutan melakukan suatu kesalahan dalam pekerjaannya karena kesalahan atau ketidaktentuan itu dapat berasal dari dua sumber, yaitu kesalahan acak dan kesalahan sistematis yang mungkin tidak dapat dihindarkan atau tidak disadari oleh analis yang bersangkutan.

Data hasil analisis perlu dievaluasi untuk mengetahui sejauh mana tingkat ketepatan (*precision*) dan ketelitian (*accuracy*) sebagai akibat dari adanya kesalahan selama melakukan analisis. Evaluasi ini dapat dilakukan dengan metode tertentu seperti dengan menggunakan pembandingan atau menggunakan rumus matematika tertentu.

A. PERHITUNGAN NILAI RATA-RATA

Dalam suatu analisis, biasanya satu sampel dianalisis beberapa kali (minimal 3 kali ulangan atau lebih) untuk meningkatkan dan mengevaluasi ketepatan dan ketelitian analisis tersebut. Dari beberapa ulangan yang dilakukan akan dihasilkan sekumpulan data yang belum dapat diketahui data yang paling mendekati nilai sebenarnya. Oleh karena itu biasanya dilakukan perhitungan nilai rata-rata (*mean/average*) dari keseluruhan data yang diperoleh dan rata-rata inilah yang dilaporkan sebagai data hasil analisis. Rata-rata dari sekumpulan data diberi simbol \bar{x} dan nilainya dapat dihitung dengan persamaan berikut ini.

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n} = \frac{\sum x_i}{n}$$

di mana:

\bar{x} = rata-rata

x_1, x_2, \dots, x_n = nilai masing-masing data yang terukur

n = jumlah pengukuran (ulangan)

Sebagai contoh, dari analisis kadar air tepung terigu yang dilakukan sebanyak tiga kali ulangan didapat data sebagai berikut: 12.65%, 13.10% dan 12.99%. Rata-rata kadar air dari pengukuran tersebut adalah:

$$\bar{x} = \frac{12.65\% + 13.10\% + 12.99\%}{3} = 12.91\%$$

Data yang akan dilaporkan dari pengukuran kadar air tepung terigu tersebut adalah rata-rata pengukuran, yaitu 12.91%. Walaupun tingkat ketepatan dan kebenaran data tersebut sulit ditentukan namun pengambilan nilai rata-rata merupakan jalan terbaik untuk mengambil data dari suatu analisis.

Di samping dari nilai rata-rata, hasil suatu analisis dapat ditentukan dari *median* yang merupakan nilai tengah dari sekumpulan data. Pada dasarnya setengah dari data akan mempunyai nilai di bawah median dan setengahnya lagi di atas median. Namun demikian penggunaan median sebagai hasil suatu analisis jarang digunakan karena nilai rata-rata dianggap lebih mewakili keseluruhan data yang didapatkan.

B. REABILITAS ANALISIS

Dari contoh hasil analisis di atas dapat dilihat bahwa analisis kadar air terhadap tepung terigu yang sama akan memberikan hasil yang berbeda. Dari data-data maupun nilai rata-rata yang diperoleh belum bisa ditentukan keterulangan (*repeatability*) analisis yang dilakukan serta kedekatan data dengan nilai sebenarnya. Untuk menentukan hal tersebut harus dilakukan evaluasi reabilitas dari analisis yang dilakukan.

Reabilitas metode-metode analisis tergantung pada beberapa hal sebagai berikut: (i) ketelitian (*accuracy*) dan ketepatan (*precision*), (ii) kekhasan (*specificity*), dan (iii) kepekaan (*sensitivity*). Pada bagian berikut akan dijelaskan cara yang relatif sederhana untuk mengukur reabilitas dari suatu analisis.

1. Ketelitian (*Accuracy*) dan Ketepatan (*Precision*)

Ketelitian dalam suatu metode analitis adalah suatu derajat seberapa jauh rata-rata suatu analisis mendekati angka yang sebenarnya. Pada dasarnya ketelitian dari suatu metode dapat ditentukan dengan cara menghitung penyimpangan data yang diperoleh dari data yang seharusnya didapat. Penyimpangan ini mungkin disebabkan karena metode yang tidak teliti karena pengaruh senyawa lain daripada yang sedang dianalisis dalam bahan pangan, dan karena perubahan-perubahan dalam senyawa yang sedang dianalisis.

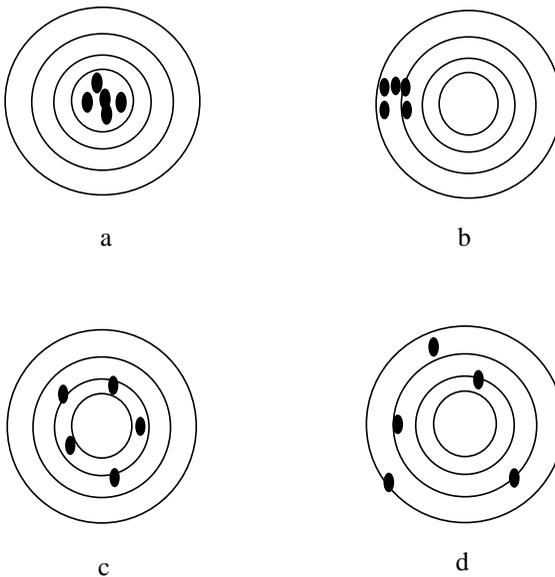
Ketelitian dari suatu analisis dapat ditentukan dalam dua cara. Pertama adalah yang disebut metode absolut, yaitu membandingkan suatu data hasil analisis dengan standar komposisi sampel yang diketahui komposisinya sebelumnya. Kedua adalah metode komparatif atau perbandingan, yaitu data hasil suatu analisis dibandingkan dengan data yang diperoleh dengan metode-metode lainnya. Jika dilihat, metode absolut sering sukar untuk dilaksanakan dan bahkan secara praktek sering tidak memungkinkan, khususnya jika sampel yang dianalisis adalah bahan pangan alami. Dalam beberapa hal, sering cara ini dimodifikasi, yaitu dengan cara menyiapkan makanan dari campuran komponen-komponen murni makanan. Jika campuran ini dapat dibandingkan komposisinya secara nyata dengan makanan alami maka informasi yang sangat berharga dapat diperoleh.

Beberapa cara tidak langsung dapat dilakukan untuk menentukan ketelitian suatu analisis. Jika suatu analisis komposisi yang lengkap dilakukan untuk suatu sampel dan setiap komponen tersebut dianalisis secara langsung dan jika jumlah seluruh komponen tersebut mendekati 100% maka diperoleh di sini suatu derajat ketelitian tertentu. Dalam metode perhitungan rekoverti, sejumlah senyawa murni yang diketahui banyaknya ditambahkan pada suatu deretan sampel dari komponen yang akan dianalisis, dan kemudian sampel-sampel tersebut dianalisis. Dari data yang diperoleh, perhitungan rekoverti dapat dilakukan. Hasil rekoverti yang memuaskan sangat penting untuk menunjukkan tidak adanya kesalahan negatif.

Ketepatan atau *precision* dari suatu metode analitis adalah derajat seberapa jauh pengulangan analisis memberikan data yang sama. Jika hasil analisis dari beberapa ulangan memberikan hasil yang mirip maka dikatakan analisis memiliki ketepatan yang baik. Dari sisi statistik ketepatan biasanya disebut dengan penyimpangan (*error*) apabila terdapat variasi (*variation*)

hasil analisis. Sehingga istilah *precision*, *error* dan *variation* mempunyai arti yang mirip.

Penggunaan istilah ketelitian (*accuracy*) dan ketepatan (*precision*) sebagai parameter evaluasi data hasil analisis kadang-kadang membingungkan karena istilah ini mempunyai konsep yang mirip. Untuk membedakannya dapat digunakan ilustrasi berupa sebaran data yang diperoleh dari suatu analisis yang dilakukan secara berulang seperti yang terdapat pada Gambar 1.2.



Gambar 1.2.

Perbandingan antara ketelitian (*accuracy*) dan ketepatan (*precision*) pada hasil analisis

Pada Gambar 1.2. dapat dilihat beberapa hasil analisis yang menghasilkan sebaran data yang beragam. Gambar 1.2.a. menunjukkan data yang dihasilkan mendekati nilai sebenarnya sehingga dikatakan mempunyai **ketelitian** yang **baik** dan data yang satu dengan data lainnya saling berdekatan sehingga dikatakan mempunyai **ketepatan** yang **baik**. Gambar 1.2.b. menunjukkan data yang dihasilkan jauh dari nilai sebenarnya sehingga

dikatakan mempunyai **ketelitian** yang **jelek**, namun data yang satu dengan data lainnya saling berdekatan sehingga dikatakan mempunyai **ketepatan** yang **baik**. Gambar 1.2.c. menunjukkan hasil analisis yang mempunyai **ketelitian** yang **baik** namun **ketepatannya jelek**. Gambar 1.2.d. menunjukkan hasil analisis yang mempunyai **ketelitian** dan **ketepatan** yang **jelek** karena data jauh dari nilai sebenarnya serta menyimpang satu sama lain.

Jika dibandingkan dengan ketelitian, ketepatan dari suatu hasil analisis lebih mudah ditentukan, yaitu dengan menggunakan perhitungan statistik. Cara yang paling baik dan umum digunakan dalam menentukan ketepatan dari suatu data analisis adalah dengan menggunakan simpangan baku (standar deviasi). Standar deviasi menunjukkan sebaran data hasil analisis dan memberikan indikasi yang baik mengenai seberapa dekat data yang satu dengan data lainnya. Standar deviasi biasanya dilambangkan dengan SD atau σ dan dapat dihitung dengan rumus berikut:

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

di mana:

- SD = Standar deviasi (simpangan baku)
- \bar{x} = nilai rata-rata
- x_i = nilai terukur dari masing-masing ulangan
- n = jumlah analisis (ulangan)

Sebagai contoh, simpangan baku dari analisis kadar air tepung terigu yang dilakukan sebanyak 3 kali ulangan dengan rata-rata 12,91 % terdapat pada Tabel 1.1. Dari perhitungan diperoleh simpangan baku untuk analisis kadar air adalah 0,24.

Tabel 1. 1
Data hasil analisis kadar air tepung terigu

Ulangan	Kadar air (%)	$(xi - \bar{x})$	$(xi - \bar{x})^2$
1	12,65	-0,26	0,07
2	13,10	0,19	0,03
3	12,99	0,08	0,01
	$\sum xi = 38,74$		$\sum (xi - \bar{x})^2 = 0,11$
	$\bar{x} = 12,91$		

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (xi - \bar{x})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{\sum 0,11}{3 - 1}} = 0,24$$

Simpangan baku yang diperoleh dapat dibuat persentase terhadap rata-ratanya sehingga akan lebih memudahkan dalam menginterpretasikannya. Persentase simpangan baku terhadap rata-rata dinyatakan dengan koefisien variasi (CV), yang dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut.

$$CV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

Contoh analisis kadar air di atas mempunyai koefisien variasi sebesar 1.86%. Dari hasil tersebut dapat dikatakan analisis yang dilakukan memiliki ketepatan yang tinggi atau *reproducibility* yang baik. Biasanya koefisien variasi dapat diterima bila nilainya lebih kecil dari 5%, namun demikian hal ini juga tergantung pada analisis yang dilakukan atau selang kepercayaan yang diinginkan. Bila selang kepercayaan yang digunakan 95% maka data analisis dapat diterima bila mempunyai koefisien variasi < 5%. Sedangkan bila selang kepercayaan yang digunakan 99% maka data analisis dapat diterima bila mempunyai koefisien variasi < 1%.

Selain dapat dihitung secara manual dengan menggunakan rumus seperti di atas, simpangan baku dan koefisien variasi dapat dihitung dengan menggunakan program komputer atau kalkulator *scientific*. Dengan menggunakan alat ini perhitungan dapat dilakukan dengan cepat, namun

demikian perhitungan harus dilakukan dengan hati-hati dan harus memperhatikan tipe alat yang digunakan.

2. Kekhasan (*Specificity*)

Kekhasan atau lebih dikenal dengan istilah *specificity* dari suatu metode analisis adalah kemampuan metode tersebut untuk hanya mendeteksi komponen yang diinginkan. Kekhasan suatu metode analisis dipengaruhi terutama oleh adanya senyawa-senyawa pengganggu yang menghasilkan pengukuran sejenis seperti pada sampel yang dianalisis. Dalam banyak hal pengaruh dari senyawa-senyawa pengganggu ini dapat diatasi. Makin khas suatu metode analisis, makin baik metode tersebut karena makin berkurang gangguan dari senyawa-senyawa lain yang mungkin dapat mengacaukan data.

3. Kepekaan atau *Sensitivity*

Kepekaan atau *sensitivity* dari suatu metode yang digunakan untuk menetapkan suatu senyawa tertentu adalah rasio antara besaran respons instrumental dengan jumlah dari senyawa tersebut. Kepekaan diukur dan dinyatakan sebagai perbedaan komposisi terukur yang paling kecil di antara dua sampel. Perbedaan ini akan menjadi berarti jika nilainya melebihi keragaman suatu metode. Dalam analisis instrumen misalnya, rasio antara sinyal dengan *noise*-nya seharusnya paling kecil 2 : 1.

Kepekaan dapat ditingkatkan dalam dua cara, yaitu (1) dengan meningkatkan respons per satuan senyawa yang dianalisis, misalnya dalam metode kolorimetri dengan menggunakan pereaksi warna yang mempunyai serapan spesifik tinggi, atau dalam gravimetri dengan menggunakan pereaksi organik yang mempunyai berat molekul tinggi, dan (2) dengan memperbaiki kemampuan deteksi instrumen atau operatornya, misalnya dalam gravimetri dengan menggunakan neraca mikro, atau dalam spektrofotometri dengan menggunakan detektor yang berkemampuan tinggi.

C KESALAHAN DALAM ANALISIS

Penyimpangan data yang dihasilkan dari suatu analisis dapat diakibatkan oleh kesalahan yang terjadi selama analisis dilakukan. Kesalahan ini dapat bersumber dari kesalahan acak (*random sampling*) dan kesalahan sistematis (*systematic error*).

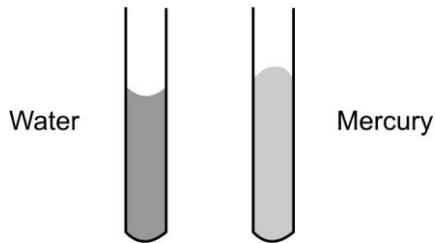
1. Kesalahan Acak (*Random Sampling*)

Kesalahan acak (*random sampling*) mengakibatkan analisis yang dilakukan berulang-ulang pada satu sampel yang sama menghasilkan data yang menyimpang satu sama lain dan tersebar di sekitar rata-rata. Kesalahan acak ini akan menghasilkan data dengan ketepatan (*precision*) yang rendah seperti yang diilustrasikan pada Gambar 1.2.c.

Pada dasarnya kesalahan acak tidak dapat dihindari, dan usaha untuk menguranginya adalah dengan mengulang analisis beberapa kali sehingga ketidaktentuan tersebut diturunkan sampai taraf yang dapat diterima. Suatu contoh yang dapat diberikan tentang kesalahan acak adalah variasi kecil yang terjadi pada pengaturan *meniscus pipet* atau pada alat pengukur lainnya yang menimbulkan fluktuasi.

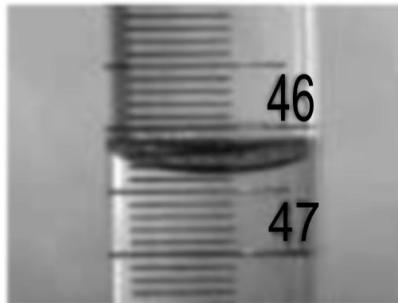
Pengaturan dan pembacaan meniskus pipet, buret dan alat pengukur volume lain merupakan kesalahan yang sering dilakukan pada suatu analisis. Beberapa hal yang perlu diperhatikan dalam pembacaan alat pengukur volume antara lain: (1) meniskus larutan dan (2) ketelitian alat.

Meniskus larutan yang tidak berwarna dibaca pada posisi di bagian bawah cekungan yang terbentuk sedangkan meniskus larutan berwarna dibaca pada posisi yang terlihat (dapat berupa lapisan cembung, cekung atau garis lurus). Gambar 1.3. menunjukkan meniskus berbentuk cekung dari air yang tidak berwarna dan meniskus berbentuk cembung dari merkuri yang berwarna perak.



Gambar 1.3.
Pembentukan meniskus air dan merkuri

Setiap alat mempunyai skala pengukuran terkecil yang berbeda tergantung pada ketelitian alat tersebut. Contoh buret pada Gambar 1.4. mempunyai nilai skala pengukuran terkecil 0.1 ml. Pada pembacaan meniskusnya akan didapatkan angka pengukuran pasti yang mempunyai 1 angka di belakang tanda desimal. Posisi meniskus larutan berada di antara 46.3 dan 46.4 sehingga pada pembacanya ditambah dengan angka taksiran, yaitu 1 digit di belakang skala terkecil. Jadi meniskus larutan pada Gambar 1.4 adalah 46.35 ml.



Gambar 1.4.
Skala pengukuran buret

2. Kesalahan Sistematis (*Systematic Error*)

Kesalahan sistematis (*systematic error*) menyebabkan data menyimpang dari nilai yang sebenarnya pada suatu arah tertentu. Kesalahan sistematis akan menghasilkan data dengan ketelitian (*accuracy*) yang jelek seperti yang diilustrasikan pada Gambar 1.2.b.

Penyebab kesalahan sistematis sukar untuk dideteksi, bahkan seorang analis mungkin saja melakukan kesalahan ini selama menjalankan tugas pekerjaannya tanpa disadarinya. Salah satu contoh kesalahan sistematis yang umum dilakukan adalah kesalahan kalibrasi dari instrumen atau alat pengukur seperti timbangan, pH-meter, spektrofotometer, dan sebagainya. Di samping itu, kesalahan seperti ini dapat pula disebabkan karena kesalahan dalam menggunakan bahan kimia standar, misalnya saja bahan standar tersebut tidak cukup kering waktu digunakan untuk menyiapkan kurva kalibrasi.

D. PROSEDUR UNTUK MENINGKATKAN KUALITAS DATA HASIL ANALISIS

Beberapa langkah dan pencegahan dapat diambil untuk menghindari kesalahan analisis dan untuk meningkatkan reabilitas data yang dihasilkan. Langkah-langkah tersebut akan dijelaskan pada bagian berikut ini.

1. Pemilihan Peralatan Gelas

Alat gelas yang digunakan untuk analisis seperti pipet, buret, pipet volumetrik, kuvet dan peralatan lainnya harus mempunyai kualitas yang sesuai dengan tingkat ketepatan yang diinginkan. Pemilihan alat gelas dengan ketepatan yang tinggi terutama ditujukan untuk alat gelas yang gunanya berhubungan dengan pengukuran volume.

2. Kalibrasi

Untuk mendapatkan data analitis yang bermutu tinggi, baik terhadap bahan kimia maupun peralatan atau instrumen perlu dilakukan pengecekan rutin. Khusus untuk peralatan dan instrumen perlu dibedakan antara peralatan yang digunakan rutin dengan instrumen yang hanya dipegang oleh seorang ahli. Pengecekan terhadap peralatan tersebut perlu dilakukan seperti disarankan pada beberapa instrumen di bawah ini.

a. *Neraca analitik*

Kepekaan Alat (dua bulan sekali). Cek kepekaan neraca dengan menggunakan tiga beban standar, yaitu 10 g, 1 g dan 100 mg.

Kalibrasi. Lakukan kalibrasi setiap tahun, sekaligus untuk pelaksanaan pemeliharaan tahunan. Gunakan beban standar.

b. *Spektrofotometer (Ultra violet dan visible)*

Ketelitian panjang gelombang (dua bulan sekali). Cek seluruh kisaran panjang gelombang UV-VIS dengan menggunakan filter-filter Holmium dan Didymium. Filter-filter ini dapat diperoleh di perusahaan pembuat instrumen. Dapatkan dua spektra sebagai pembanding. Hasil yang didapat seharusnya tidak berbeda dari nilai-nilai yang tercatat pada spesifikasi filter tersebut lebih dari 1,0 pada setiap panjang gelombang.

Ketelitian fotometrik (dua bulan sekali). Siapkan suatu larutan kalium dikromat $60 \pm 0,25$ mg dalam 1 liter asam sulfat 0,01 N. Larutan ini cukup stabil dan dapat disimpan lama. Catat absorbans (*scanning*) larutan ini pada panjang gelombang 210-450 nm. Absorbans berikut ini ($\pm 1\%$ skala penuh) seharusnya tercatat pada setiap panjang gelombang yang ditentukan.

Panjang Gelombang (λ)	Absorbans
235	0,747
257	0,869
313	0,293
350	0,644

Sebagai alternatif dapat digunakan filter gelas standar berkode SRM 930 yang mempunyai standar panjang gelombang dan absorbans seperti di atas.

c. *Spektrofotometer IR*

Ketelitian panjang gelombang (tiga bulan sekali). Cek dengan film polystyrene standar untuk mendapatkan penyerapan panjang gelombang di bawah ini. Bandingkan jumlah gelombang (*wave number*) yang didapat dengan ketelitian berikut ini.

Jumlah gelombang (cm ⁻¹)	Ketelitian
2.851	± 6
1.601	± 6
1.028	± 2
9.07	± 3

d. *Spektrofotometer penyerapan atom*

Garis dasar/baseline (setiap hari jika digunakan). Dengan menggunakan api saja, *baseline* pun dari rekorder seharusnya tidak bervariasi lebih dari ±0.005 satuan absorbans dalam periode lima menit.

Absorbans (setiap hari jika digunakan). Tiga kali pengujian absorbans secara berturut-turut pada suatu larutan yang sama seharusnya tidak bervariasi lebih dari ± 0.005 satuan absorbans.

Limit deteksi (setiap bulan). Siapkan suatu larutan standar metal yang diencerkan secukupnya sehingga memberikan respons dua kali absorbansi dari baseline pada kondisi ideal. Hasilnya menjadi limit deteksi standar. Buat empat ulangan untuk mengecek reproduksibilitasnya.

e. *Kromatografi gas*

Oven Kolom (enam bulan sekali). Cek suhu oven kolom dengan pyrometer yang sudah di kalibrasi).

Kecepatan aliran gas (setiap bulan). Cek kecepatan aliran gas baik dari *carrier* gas maupun detektor dengan menggunakan meteran gelembung atau alat lainnya

Respons detector (setiap hari jika digunakan). Bandingkan *respons detector* pada saat dipakai dengan respons yang didapat pada saat instrumen masih baru atau pada saat instrumen dibersihkan dan dikalibrasikan terakhir kalinya. Jika terjadi penurunan respon, detektor harus dibersihkan.

f. *High performance liquid chromatografi*

Resolusi kolom (setiap hari jika digunakan). Siapkan suatu larutan campuran dua atau lebih bahan yang dapat terpisahkan dengan baik pada kondisi analitik yang normal. Gunakan larutan ini untuk mengecek kolom yang digunakan setiap saat.

Respon detektor (setiap hari jika digunakan). Cek *respons detector* menggunakan standar yang sudah diketahui konsentrasinya, kemudian bandingkan dengan respon sebelumnya pada kondisi analitis yang ideal.

Pengujian-pengujian performansi instrumen yang diutarakan di atas merupakan saran. Pendekatan yang paling baik adalah dengan membaca manual operasi dari setiap instrumen kemudian memilih parameter atau spesifikasi mana yang seharusnya diuji sesuai dengan kebutuhan dengan melakukan pengujian-pengujian seperti di atas diharapkan kesalahan sistematis karena instrumen dapat dihindari.

3. Penanganan dan Pembersihan Peralatan

Peralatan yang digunakan untuk analisis harus ditangani dengan baik dan dibersihkan dengan prosedur yang benar. Selama proses pembersihan peralatan harus dilakukan dengan hati-hati agar alat yang digunakan tetap dapat memberikan data yang berarti. Peralatan untuk analisis sebaiknya dicuci dengan reagen pembersih asam kromat atau campuran konsentrat asam sulfat dan asam nitrit yang diikuti dengan pembilasan menggunakan air dan air destilata. Pada pencucian ini sebaiknya menghindari penggunaan detergen secara berlebihan karena akan mengkontaminasi peralatan.

a. Penggunaan blangko

Penggunaan blangko pada suatu analisis digunakan untuk meyakinkan bahwa pada pereaksi yang digunakan tidak terdapat senyawa pengganggu yang dapat mempengaruhi analisis. Blangko harus terdiri dari seluruh pelarut yang digunakan kecuali sampel yang akan dianalisis. Nilai yang dihasilkan dari analisis blangko harus ikut digunakan dalam perhitungan data analisis sampel.

b. Pengulangan

Analisis sampel yang sama harus dilakukan secara berulang untuk menghindari kesalahan acak yang akan menimbulkan ketidaktepatan data yang dihasilkan. Semakin banyak ulangan yang digunakan akan menghasilkan data dengan ketepatan yang tinggi. Umumnya satu sampel dianalisis minimum sebanyak 3 kali ulangan.

c. Perhitungan recovery analisis

Pada beberapa analisis pangan, seperti analisis senyawa bahan tambahan pangan kadang-kadang penambahan senyawa yang akan dianalisis dengan

jumlah tertentu pada sampel perlu dilakukan. Hal ini dibutuhkan untuk mengetahui *recovery* hasil analisis sampel tersebut.

d. Penggunaan sampel referensi

Validitas dari suatu prosedur analisis pangan dapat di estimasi dengan menganalisis standar bahan pangan yang telah diketahui komposisinya. Standar bahan tersebut sudah tersedia secara komersial.

e. Pengujian secara kolaborasi

Dengan melakukan pengujian bersama antar beberapa laboratorium, data hasil analisis dengan metode yang sama dari laboratorium satu dapat dibandingkan dengan laboratorium lainnya. Perbandingan ini sangat berguna untuk mendeteksi adanya kesalahan sistematis dari satu laboratorium, yaitu jika data yang dihasilkan selalu berbeda dengan laboratorium lainnya.

f. Konfirmasi analisis

Hasil yang diperoleh dari suatu metode analisis yang digunakan sebaiknya dibandingkan dengan hasil yang diperoleh dari metode referensi yang dipilih dari metode yang dikenal secara internasional dan diterbitkan oleh suatu badan seperti ISO, AOAC dan BSI. Hal ini akan meningkatkan validitas metode analisis dan metode tersebut dapat digunakan untuk tujuan analisis rutin.



LATIHAN

Untuk memperdalam pemahaman Anda mengenai materi di atas, kerjakanlah latihan berikut!

- 1) Jelaskan nilai rata-rata dari suatu data analisis!
- 2) Sebutkan faktor-faktor yang mempengaruhi reabilitas metode analisis!
- 3) Jelaskan apa yang dimaksud dengan ketelitian (*accuracy*) dalam suatu metode analisis dan bagaimana cara menentukannya!
- 4) Jelaskan apa yang dimaksud dengan ketepatan (*precision*) dalam suatu metode analisis dan bagaimana cara menentukannya!
- 5) Jelaskan apa yang dimaksud dengan kekhasan (*specificity*) dalam suatu metode analisis!

- 6) Jelaskan apa yang dimaksud dengan kepekaan (*sensitivity*) dalam suatu metode analisis!
- 7) Jelaskan sumber-sumber kesalahan yang menyebabkan terjadinya penyimpangan data yang dihasilkan dari suatu analisis!
- 8) Jelaskan langkah dan pencegahan yang dapat diambil untuk menghindari kesalahan analisis dan untuk meningkatkan reabilitas data yang dihasilkan!

Petunjuk Jawaban Latihan

Untuk dapat menjawab soal-soal latihan di atas, Anda harus mempelajari kembali Kegiatan Belajar 2 tentang Evaluasi Data Hasil Analisis.



RANGKUMAN

1. Pencantuman nilai rata-rata dari suatu analisis yang dilakukan secara berulang merupakan jalan terbaik untuk mengambil data analisis suatu sampel.
2. Reabilitas metode-metode analisis tergantung pada beberapa hal sebagai berikut: (i) ketelitian (*accuracy*) (ii) ketepatan (*precision*), (iii) kekhasan (*specificity*), dan (iv) kepekaan (*sensitivity*).
3. Ketelitian (*accuracy*) dalam suatu metode analitis adalah suatu derajat seberapa jauh rata-rata suatu analisis mendekati angka yang sebenarnya.
4. Ketepatan (*precision*) dari suatu metode analitis adalah derajat seberapa jauh pengulangan analisis memberikan data yang sama.
5. Kekhasan (*specificity*) dari suatu metode analisis adalah kemampuan metode tersebut untuk hanya mendeteksi komponen yang diinginkan.
6. Kepekaan (*sensitivity*) dari suatu metode yang digunakan untuk menetapkan suatu senyawa tertentu adalah rasio antara besaran respons instrumental dengan jumlah dari senyawa tersebut.
7. Penyimpangan data yang dihasilkan dari suatu analisis dapat diakibatkan oleh kesalahan yang bersumber dari kesalahan acak (*random sampling*) dan kesalahan sistematik (*systematic error*). Kesalahan acak adalah kesalahan yang mengakibatkan analisis yang dilakukan berulang-ulang pada satu sampel yang sama menghasilkan data yang menyimpang satu sama lain dan tersebar di

sekitar rata-rata. Sedangkan kesalahan sistematik adalah kesalahan yang menyebabkan data menyimpang dari nilai yang sebenarnya pada suatu arah tertentu.

8. Beberapa langkah dan pencegahan yang dapat diambil untuk menghindari kesalahan analisis dan untuk meningkatkan reabilitas data yang dihasilkan antara lain: pemilihan peralatan gelas, kalibrasi peralatan, penanganan dan pembersihan peralatan, penggunaan blanko, pengulangan analisis, perhitungan *recovery* analisis, penggunaan sampel referensi, pengujian secara kolaborasi dan konfirmasi hasil analisis.



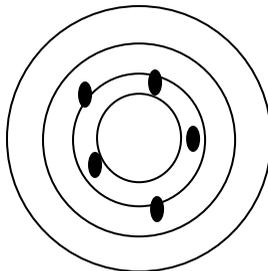
TES FORMATIF 2

Pilihlah satu jawaban yang paling tepat!

- 1) Nilai yang dilaporkan sebagai hasil analisis yang dilakukan secara berulang adalah
 - A. rata-rata dari nilai terbesar dan nilai terkecil dari data yang diperoleh
 - B. rata-rata dari keseluruhan data yang diperoleh
 - C. nilai yang dianggap paling mewakili nilai sebenarnya
 - D. rata-rata dari nilai terbesar dan nilai terkecil

- 2) Suatu derajat yang menunjukkan seberapa jauh rata-rata hasil suatu analisis mendekati angka yang sebenarnya
 - A. ketelitian
 - B. ketepatan
 - C. kekhasan
 - D. kepekaan

- 3) Gambar dari suatu hasil analisis seperti di bawah ini dikatakan memiliki



- A. ketelitian baik, ketepatan jelek
 - B. ketelitian jelek, ketepatan baik
 - C. ketelitian dan ketepatan yang baik
 - D. ketepatan dan ketelitian yang jelek
- 4) Kemampuan suatu metode analisis untuk hanya mendeteksi komponen yang diinginkan disebut dengan
- A. ketelitian
 - B. ketepatan
 - C. kekhasan
 - D. kepekaan
- 5) Ketepatan data suatu analisis dapat ditentukan dengan cara
- A. membandingkan data hasil analisis dengan standar yang telah diketahui komposisinya
 - B. membandingkan data hasil analisis dengan data yang diperoleh dengan metode lain
 - C. melihat perbedaan komposisi terukur yang paling kecil di antara dua sampel
 - D. menghitung standar deviasi dan koefisien variasi dari data yang diperoleh
- 6) Data dengan ketepatan yang rendah dari suatu hasil analisis di antara dapat diakibatkan oleh
- A. variasi kecil yang terjadi pada pengaturan *meniscus pipet*
 - B. kalibrasi alat pengukur
 - C. penggunaan bahan kimia standar
 - D. kesalahan pada kurva standar
- 7) Kesalahan sistematik pada suatu analisis dapat disebabkan
- A. kesalahan pembacaan meniskus pipet
 - B. kesalahan penimbangan bahan
 - C. kesalahan prosedur analisis
 - D. kalibrasi alat pengukur

- 8) Meniskus larutan yang tidak berwarna pada alat ukur volume dibaca pada posisi
- A. di bagian bawah cekungan yang terbentuk
 - B. di bagian atas cekungan yang terbentuk
 - C. garis lurus yang terbentuk
 - D. di bagian tengah cekungan yang terbentuk
- 9) Untuk mengetahui adanya senyawa pengganggu dari pereaksi pada suatu analisis sebaiknya dilakukan
- A. penggunaan blangko
 - B. penggunaan sampel referensi
 - C. pengujian secara kolaborasi
 - D. pengulangan analisis
- 10) Kalibrasi peralatan sebaiknya dilakukan
- A. sesering mungkin
 - B. sesekali
 - C. secara rutin
 - D. tergantung kepada jumlah sampel yang akan dianalisis

Cocokkanlah jawaban Anda dengan Kunci Jawaban Tes Formatif 2 yang terdapat di bagian akhir modul ini. Hitunglah jawaban yang benar. Kemudian, gunakan rumus berikut untuk mengetahui tingkat penguasaan Anda terhadap materi Kegiatan Belajar 2.

$$\text{Tingkat penguasaan} = \frac{\text{Jumlah Jawaban yang Benar}}{\text{Jumlah Soal}} \times 100\%$$

Arti tingkat penguasaan: 90 - 100% = baik sekali

80 - 89% = baik

70 - 79% = cukup

< 70% = kurang

Apabila mencapai tingkat penguasaan 80% atau lebih, Anda dapat meneruskan dengan Kegiatan Belajar 3. **Bagus!** Jika masih di bawah 80%, Anda harus mengulangi materi Kegiatan Belajar 2, terutama bagian yang belum dikuasai.

KEGIATAN BELAJAR 3

Penyajian Data Analisis

☉ Dalam suatu analisis, data hasil analisis harus disajikan dengan benar dan mengikuti kaidah-kaidah yang ada. Penyajian data yang kurang tepat akan menyulitkan interpretasi dari data-data yang diperoleh. Pada bagian berikut akan dikemukakan pengambilan data numerik dari hasil analisis berdasarkan jumlah angka berartinya serta penyajian data komposisi yang merupakan data penting dalam analisis bahan pangan.

A. ANGKA PENTING (*SIGNIFICANT FIGURE*)

Data numerik (angka) yang disajikan dari hasil suatu analisis seharusnya berupa angka penting untuk mengindikasikan sensitivitas dan reabilitas dari suatu metode analisis, namun ada kalanya angka penting dari suatu data dihilangkan tetapi sebaliknya angka tidak berarti yang dipertahankan. Untuk itu diperlukan beberapa aturan pasti untuk menentukan angka penting dari hasil suatu analisis seperti penjelasan berikut.

1. Angka yang tidak mengandung unsur 0

Angka yang tidak mengandung unsur 0, semua digitnya dinyatakan sebagai angka penting. Misalnya 64,72 mempunyai 4 angka penting, 343 mempunyai 3 angka penting dan 5,3245 mempunyai 5 angka penting.

2. Angka yang mengandung unsur 0

Unsur 0 pada suatu angka dapat menjadi angka penting atau angka tidak penting tergantung pada posisinya. Penentuan angka penting untuk angka yang mengandung unsur 0 menggunakan aturan sebagai berikut.

- a. Unsur 0 setelah tanda desimal adalah angka penting. Sebagai contoh, 56,630 dan 56,600 keduanya mempunyai 5 angka penting.
- b. Unsur nol sebelum tanda desimal dengan tidak ada digit lain sebelumnya adalah bukan angka penting. Sebagai contoh, 0,5663 hanya mempunyai 4 angka penting.
- c. Unsur 0 setelah tanda desimal tidak penting bila tidak ada digit sebelum tanda desimal. Sebagai contoh, 0,0056 tidak mempunyai digit sebelum

tanda desimal maka dapat dikatakan mempunyai 2 angka penting. Tetapi angka 1,0056 dikatakan mempunyai 5 angka penting karena terdapat angka 1 sebelum tanda desimal.

- d. Unsur 0 yang terletak setelah angka bukan nol pada angka yang tidak mengandung tanda desimal bukan angka penting. Sebagai contoh, angka 7.000 hanya mempunyai 1 angka penting. Tetapi angka 7.000,0 mempunyai 5 angka penting.

Penentuan unsur 0 sebagai angka penting seperti cara di atas kadang-kadang bisa membingungkan, cara yang lebih mudah adalah dengan menggunakan bentuk eksponensial. Sebagai contoh, 7.000 dapat dikonversi menjadi 7×10^3 yang memiliki 1 angka penting. Demikian halnya dengan 7.000,0 dapat dikonversi menjadi 7×10^3 dengan tetap mempertahankan unsur nol, angka tersebut tetap memiliki 5 angka penting. Jika ingin mengkonversi 0,007 ke dalam bentuk eksponensial maka akan berubah menjadi 7×10^{-3} dan dikatakan memiliki 1 angka penting.

3. Angka penting dari operasi aritmatika

Angka penting dari hasil operasi aritmatika (penambahan, pengurangan, perkalian dan pembagian) ditentukan berdasarkan angka yang mempunyai angka penting paling sedikit. Untuk memudahkan penentuan, angka-angka yang terlibat dalam operasi sebaiknya dijabarkan secara rinci dan hasil akhir yang diperoleh dibulatkan pada angka yang terdekat. Sebagai contoh, $23,56 \times 4,3 \times 154 = 15601,432$ karena 4,3 hanya memiliki 2 angka penting maka yang dilaporkan adalah 16.000.

Cara seperti di atas mudah dilakukan untuk kebanyakan perhitungan kecuali pada penambahan atau pengurangan angka-angka yang mengandung unsur desimal. Pada kasus tersebut, jumlah angka penting pada nilai akhir ditentukan banyaknya angka yang berada di belakang tanda desimal. Sebagai contoh, penambahan $5,43 + 3,764 = 9,194$ karena 5,43 hanya mempunyai 2 angka di belakang tanda desimal maka hasil penambahan tersebut dibulatkan menjadi 9,19. Demikian juga dengan pengurangan, sebagai contoh, $87,9 - 74,12 = 13,78$ karena 87,9 hanya memiliki 1 angka di belakang tanda desimal maka hasil pengurangan tersebut dibulatkan menjadi 13,8.

Jika tidak dilakukan dengan hati-hati, penentuan angka penting seperti yang telah dijelaskan di atas dapat menimbulkan kurangnya sensitivitas hasil

pengukuran. Sebagai contoh, pada penentuan konsentrasi kafein dari suatu sampel diperoleh hasil 43,5 ppm. Sebelum dianalisis contoh tersebut diencerkan 50 kali dengan menggunakan labu takar. Untuk mengetahui konsentrasi kafein sebenarnya pada sampel hasil pengukuran tersebut dikalikan dengan pengenceran, yaitu $43,5 \text{ ppm} \times 50 = 2.175 \text{ ppm}$. Menurut aturan yang telah dijelaskan sebelumnya hasil yang dilaporkan adalah 2.000 ppm karena 50 hanya memiliki 1 angka penting. Angka yang dilaporkan tersebut menjadi kurang sensitif karena tidak memperhatikan ketelitian labu takar yang digunakan untuk pengenceran. Labu takar biasanya mempunyai toleransi 0,05 ml, oleh karena itu faktor pengenceran sebaiknya ditulis menjadi 50,0. Dengan cara tersebut dapat meningkatkan 2 angka penting sehingga hasil pengukuran kafein tersebut dapat dilaporkan menjadi 2.180 ppm.

Dari contoh tersebut di atas dapat dilihat perhatian terhadap angka penting dari suatu data sangat diperlukan untuk memperoleh data yang baik. Aturan penentuan angka penting seperti yang sudah dijelaskan akan sangat membantu, namun hal ini tidak selamanya berjalan baik apabila nilai individu dari setiap data tidak diperhatikan ketelitiannya.

B. PENYAJIAN DATA KOMPOSISI

Pada dasarnya, setiap analisis ditujukan untuk menentukan masa atau berat komponen atau senyawa yang terdapat dalam sampel. Hasil-hasil numerik yang diperoleh dari analisis dihitung menjadi persen berat atau ekspresi lainnya yang pada dasarnya sama dengan rasio berat per berat. Masa atau berat komponen dalam sampel dihitung dari penetapan suatu parameter yang besarnya merupakan fungsi dari masa komponen-komponen tersebut dalam sampel.

Sebagian besar parameter ini memang pada dasarnya tergantung pada penetapan masanya. Sebagai contoh misalnya penyerapan sinar atau penyerapan bentuk-bentuk lain dari energi radiasi merupakan fungsi dari jumlah molekul-molekul, atom-atom, atau ion-ion yang terdapat dalam sampel yang menyerap sinar tersebut. Sebagian parameter lagi memang tidak tergantung pada penetapan masanya, misalnya indeks bias dan berat jenis. Meskipun demikian, parameter-parameter ini dapat digunakan secara tidak langsung untuk menentukan masa sampel. Oleh karena itu, indeks bias dapat

digunakan untuk menetapkan padatan-padatan terlarut, terutama gula dalam sampel sirup atau sari buah dan kadar etanol dalam minuman beralkohol dapat ditentukan dengan mengukur berat jenis atau kerapatannya.

Pencantuman data numerik dari suatu parameter hasil analisis harus memperhatikan jumlah digit (angka) berarti dari suatu data yang tinggi. Hal ini tentunya sangat berpengaruh terhadap sensitivitas dan ketepatan dalam melaporkan

Dalam melaporkan data hasil analisis, baik dasar rujukan maupun satuan-satuan yang digunakan seharusnya diutarakan dengan jelas. Data komposisi dapat dinyatakan baik sebagai berat segarnya atau sebagai berat bebas airnya (*dry basis*). Mungkin juga data yang dilaporkan dinyatakan sebagai berat pada saat dibeli (*AP=as purchased*) atau sebagai berat bahan yang dapat dimakan (*EP=edible portion*). Yang terakhir ini digunakan karena sebagian bahan pangan dimakan hanya bagian tertentu saja, sedangkan bagian yang lainnya seperti kulit, biji, atau batangnya dibuang.

Data hasil analisis dapat juga dinyatakan sebagai persentase berat maupun persentase volume. Dalam hal ini komposisi dari suatu sampel cairan sering dinyatakan dalam 9 per 100 ml. Jika komponen dalam sampel terdapat dalam jumlah yang terlalu kecil, hasil analisis dapat dinyatakan dalam ppm (*part per million*=bagian seperjuta), mg per kg atau mg per liter, atau dalam hal vitamin dapat dinyatakan sebagai mikrogram per 100 g atau 100 ml. Kandungan mineral dapat dinyatakan berdasarkan berat abu atau berat segarnya.

Kadar air merupakan data komposisi yang sangat penting dalam bahan pangan maupun produk pangan karena kadar air sangat menentukan kadar-kadar komponen yang lainnya. Jika suatu sampel kadar airnya rendah karena sebagian besar telah menguap maka kadar-kadar komponen lainnya naik, dan demikian juga sebaliknya. Oleh karena itu, di dalam menyatakan suatu komposisi, kadar air harus selalu dicantumkan, atau sampel tersebut dinyatakan dalam keadaan bebas air atau *dry basis*. Pernyataan yang salah dalam mengungkapkan data komposisi akan sangat membingungkan. Sering hal demikian dialami dalam menyajikan data perubahan komposisi karena penyimpanan, misalnya dengan menyatakan kenaikan kadar protein padahal kenaikannya tersebut hanya disebabkan karena turunnya kadar air.

Untuk menyatakan data berdasarkan bahan kering atau *dry basis*, berikut ini adalah suatu contoh perhitungannya. Pada kadar air 14% kadar protein

suatu sampel adalah 42%, sedangkan berdasarkan bahan keringnya kadar protein tersebut dapat dihitung sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \text{Kadar protein (\% b.k)} &= \frac{\text{Kadar protein pada kadar air 14\%}}{100\% - 14\%} \times 100\% \\ &= \frac{42}{100 - 14} \times 100\% = 49\% \end{aligned}$$

Perhitungan ini dapat juga digunakan untuk kadar-kadar komponen lainnya. Terlihat bahwa kadar air berdasarkan bahan kering hasilnya lebih besar daripada berdasarkan bahan basah pada kadar air 14%. Kadar air berdasarkan bahan kering akan lebih besar lagi kalau kadar air bahan basahnya jauh lebih besar dari 14%.

Penyajian data komposisi berdasarkan bahan kering sangat penting terutama dalam suatu transaksi perdagangan karena sifatnya yang tetap dan tidak berfluktuasi. Dengan demikian perhitungan harga dapat didasarkan pada suatu patokan yang tetap. Sebaliknya dari data komposisi berdasarkan bahan kering dapat dikembalikan ke data komposisi bahan segar dengan mudah dengan cara memperhitungkan kadar air bahan segarnya.

Sering data komposisi dinyatakan sebagai komponen yang paling dominan, seperti halnya dalam menyatakan kadar asam. Oleh karena itu, mungkin saja kadar total asam dinyatakan sebagai dasar asam tertitrasi total sebagai asam asetat tergantung pada asam yang mana yang dianggap paling dominan dalam sampel tersebut. Jadi biasanya kadar asam produk-produk jeruk atau sitrus dinyatakan sebagai asam sitrat, asam tartarat untuk anggur, dan asam malat untuk apel. Sedangkan kadar asam menguap pada produk fermentasi biasanya dinyatakan sebagai asam asetat.

Dalam menyatakan komposisi karbohidrat, umumnya semua senyawa yang mampu mereduksi larutan tembaga tartarat basa diasumsikan sebagai gula-gula pereduksi dan dinyatakan sebagai dekstrosa. Kadar sukrosa dan pati lebih sulit dinyatakan karena kandungannya sangat tergantung pada jenis metode analisis yang digunakan.

Sering dalam bidang perdagangan dan dalam bidang industri digunakan penyajian data berdasarkan pengujian-pengujian yang dilakukan secara empiris, khususnya dalam penyajian data analitis untuk lemak dan minyak.

Ketidakhajen dalam asam-asam lemak sering dinyatakan dalam bilangan iodine atau g iodine yang terserap per 100 g lemak atau minyak. Karboksil-karboksil yang teresterifikasi dinyatakan dengan bilangan penyabunan, yaitu Mg KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan 1 g lemak atau minyak. Asam-asam menguap total dinyatakan dalam bilangan asam, yaitu ml NaOH 0.1N yang dibutuhkan untuk menetralkan asam-asam yang terdestilasi dalam asam sulfat yang ditambahkan dari 5 g lemak atau minyak dan sebagainya.



LATIHAN

Untuk memperdalam pemahaman Anda mengenai materi di atas, kerjakanlah latihan berikut!

- 1) Jelaskan aturan yang digunakan untuk menentukan angka penting dari suatu data!
- 2) Jelaskan tujuan utama dilakukannya analisis pada suatu sampel!
- 3) Jelaskan cara menyatakan data komposisi dari suatu bahan pangan!
- 4) Mengapa kadar air dikatakan sebagai data komposisi yang sangat penting dalam bahan pangan maupun produk pangan?
- 5) Jelaskan mengapa penyajian data komposisi berdasarkan bahan kering menjadi penting!
- 6) Jelaskan cara menyatakan data komposisi mengenai kadar asam pada suatu sampel!
- 7) Jelaskan cara menyatakan komposisi karbohidrat dalam bahan pangan!
- 8) Jelaskan cara penyajian data berdasarkan pengujian yang dilakukan secara empirik untuk produk lemak dan minyak!

Petunjuk Jawaban Latihan

Untuk dapat menjawab soal-soal latihan di atas, Anda harus mempelajari kembali Kegiatan Belajar 3 mengenai Penyajian Data Analisis



1. Data numerik (angka) yang disajikan dari suatu analisis hanya berupa angka penting. Penentuan angka penting ini diatur oleh suatu aturan yang pasti.
2. Angka yang tidak mengandung unsur 0 semua digitnya dianggap sebagai angka penting.
3. Unsur 0 pada suatu angka dapat menjadi angka penting atau angka tidak penting tergantung pada posisinya.
4. Angka penting dari hasil operasi aritmatika (penambahan, pengurangan, perkalian dan pembagian) ditentukan berdasarkan angka yang mempunyai angka penting paling sedikit.
5. Pada dasarnya, setiap analisis ditujukan untuk menentukan komposisi komponen atau senyawa yang terdapat dalam sampel.
6. Data komposisi dapat dinyatakan baik sebagai berat segarnya atau sebagai berat bebas airnya (*dry basis*), sebagai berat pada saat dibeli (*AP=as purchased*) atau sebagai berat bahan yang dapat dimakan (*EP=edible portion*).
7. Kadar air merupakan data komposisi yang sangat penting dalam bahan pangan maupun produk pangan karena kadar air sangat menentukan kadar-kadar komponen yang lainnya.
8. Penyajian data komposisi berdasarkan bahan kering sangat penting terutama dalam suatu transaksi perdagangan karena sifatnya yang tetap dan tidak berfluktuasi.
9. Data komposisi sering dinyatakan sebagai komponen yang paling dominan, seperti halnya dalam menyatakan kadar asam, yaitu berdasarkan asam yang mana yang dianggap paling dominan dalam sampel tersebut.
10. Dalam menyatakan komposisi karbohidrat, umumnya semua senyawa yang mampu mereduksi larutan tembaga tartarat basa diasumsikan sebagai gula-gula pereduksi dan dinyatakan sebagai dekstrosa.
11. Dalam bidang perdagangan dan industri sering digunakan penyajian data berdasarkan pengujian-pengujian yang dilakukan secara empiris, khususnya dalam penyajian data analitis untuk lemak dan minyak.

**TES FORMATIF 3**

Pilihlah satu jawaban yang paling tepat!

- 1) Di bawah ini angka yang mempunyai 3 angka penting
 - A. 2.000
 - B. 20,0
 - C. 2.000,0
 - D. 0,02

- 2) Angka berikut memiliki 4 angka penting, *kecuali*
 - A. 4.003
 - B. 4.000
 - C. 0,004
 - D. 0,3004

- 3) Menurut aturan angka penting, hasil perkalian $43,00 \times 453 \times 12$ adalah
 - A. 233.748
 - B. 233.700
 - C. 234.000
 - D. 230.000

- 4) Menurut aturan angka penting, hasil penambahan $27,54 + 67,586$ adalah
 - A. 95,126
 - B. 95,13
 - C. 95,00
 - D. 95,000

- 5) Jumlah angka penting yang terdapat pada 7×10^3 sama dengan pada
 - A. 75.000
 - B. 7.500
 - C. 0,007
 - D. 7,00

- 6) Data komposisi dapat dinyatakan sebagai berikut, *kecuali*
 - A. berdasarkan berat segar atau berat bebas airnya
 - B. berdasarkan berat kotoranya
 - C. sebagai berat pada saat dibeli
 - D. sebagai berat bahan yang dapat dimakan

- 7) Kadar komponen bahan pangan yang sangat penting dicantumkan pada komposisinya karena sangat menentukan kadar-kadar komponen lainnya adalah
- kadar air
 - kadar lemak
 - kadar protein
 - kadar karbohidrat
- 8) Di bawah ini adalah data komposisi yang dinyatakan sebagai komponen paling dominan
- kadar asam sitrat pada jeruk
 - kadar gula sederhana pada buah
 - kadar lemak tidak jenuh pada minyak ikan
 - kadar protein pada kacang kedelai
- 9) Dalam menyatakan komposisi karbohidrat, umumnya semua senyawa yang mampu mereduksi larutan tembaga tartarat basa diasumsikan sebagai gula-gula pereduksi dan dinyatakan sebagai
- sukrosa
 - pati
 - dekstrosa
 - laktosa
- 10) Berikut adalah data komposisi minyak dan lemak yang dinyatakan berdasarkan pengujian yang dilakukan secara empirik, *kecuali*
- kadar lemak yang dianalisis dengan metode soxhlet
 - ketidakhajenuan asam lemak yang dinyatakan dalam bilangan iodine
 - karboksil-karboksil yang teresterifikasi dinyatakan dalam bilangan penyabunan
 - asam-asam menguap total yang dinyatakan dalam bilangan asam

Cocokkanlah jawaban Anda dengan Kunci Jawaban Tes Formatif 3 yang terdapat di bagian akhir modul ini. Hitunglah jawaban yang benar. Kemudian, gunakan rumus berikut untuk mengetahui tingkat penguasaan Anda terhadap materi Kegiatan Belajar 3.

$$\text{Tingkat penguasaan} = \frac{\text{Jumlah Jawaban yang Benar}}{\text{Jumlah Soal}} \times 100\%$$

Arti tingkat penguasaan: 90 - 100% = baik sekali
80 - 89% = baik
70 - 79% = cukup
< 70% = kurang

Apabila mencapai tingkat penguasaan 80% atau lebih, Anda dapat meneruskan dengan modul selanjutnya. **Bagus!** Jika masih di bawah 80%, Anda harus mengulangi materi Kegiatan Belajar 3, terutama bagian yang belum dikuasai.

Kunci Jawaban Tes Formatif

Tes Formatif 1

- 1) C
- 2) D
- 3) B
- 4) D
- 5) C
- 6) D
- 7) A
- 8) C
- 9) D
- 10) B

Tes Formatif 2

- 1) B
- 2) A
- 3) A
- 4) C
- 5) D
- 6) A
- 7) D
- 8) A
- 9) A
- 10) C

Tes Formatif 2

- 1) B
- 2) C
- 3) D
- 4) B
- 5) C
- 6) B
- 7) A
- 8) A
- 9) C
- 10) A

Daftar Pustaka

- Apriyantono, A., D. Fardiaz, N.L. Puspitasari, S. Yasni dan S. Budiyanto. (1989). *Petunjuk Praktikum Analisis Pangan*. Bogor: IPB Press.
- Fardiaz, D., N.L. Puspitasari, dan C.H. Wijaya. (1991). Analisis Pangan (Monograf). *Laboratorium Kimia dan Biokimia Pangan*. IPB: PAU Pangan dan Gizi.
- Nielsen, S.S. (2003). *Food Analysis*. 3rd ed. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers.
- Pomeranz, Y. dan Meloan, C.E. (1994). *Food Analysis Theory and Practice*. 3rd ed. Maryland: Aspen Publishers.
- James, C.S. (1995). *Analytical Chemistry of Foods*. London: Blackie Academic and Professional.