

VERIFIKASI METODE UJI TOTAL REDUCING SUGAR ICUMSA GS4/3-7 (2011)

Puji Pangestu Lestari¹, Zuhdi Ma'sum², Linda Mustikaningrum³

Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Tribhuhana Tunggaladewi

ABSTRAK

Berdasarkan SNI ISO/IEC 17025:2008 pada klausul 5.4 menyebutkan bahwa laboratorium yang telah terakreditasi harus memilih metode yang sesuai, sudah dipublikasikan dalam standar internasional, regional maupun nasional, atau organisasi teknis yang mempunyai reputasi atau dari teks atau jurnal ilmiah yang relevan. Laboratorium harus memastikan bahwa dapat menggunakan metode standar dengan baik sebelum melakukan pengujian yaitu dengan memverifikasi metode standar tersebut. Sebagai laboratorium yang telah terakreditasi, maka LP-P3GI perlu melakukan verifikasi metode untuk mengetahui apakah pengujian metode total reducing sugar ICUMSA GS4/3-7 (2011) dapat diterapkan atau diaplikasikan di LP-P3GI dengan hasil yang valid dan dapat dipercaya, sehingga hasil verifikasi metode tersebut dapat dijadikan salah satu jaminan mutu pengujian.

Di dalam verifikasi metode, salah satu kinerja yang akan diuji adalah presisi (kecermatan). Presisi adalah tingkat kesaksamaan nilai beberapa hasil pengujian berulang. Uji presisi dapat dilakukan dengan melakukan repeatability dan intra reproduibilitas.

Hasil uji presisi repeatability nilai $CV = 0,75\% < 2/3 CV \text{ Horwitz} = 1,44\%$, sedangkan uji presisi intra reproduibilitas $CV = 1,11\% < CV \text{ Horwitz} = 2,16\%$. Suatu metode pengujian dikatakan baik jika nilai CV lebih kecil dari CV Horwitz, sehingga bisa dikatakan bahwa metode uji total reducing sugar ICUMSA GS 4/3-7 (2011) mempunyai presisi yang baik.

Kata Kunci: Laboratorium terakreditasi, Verifikasi metode, Uji Presisi

ABSTRAK

Based on ISO / IEC 17025: 2008 Clause 5.4 states that an accredited laboratory should select the appropriate method, already published in the international standard, regional or national, or reputable technical organizations or from the text or the relevant scientific journals. Laboratories should ensure that can operate standard methods before introducing the tests is to verify the standard method. As an accredited laboratory, the LP-P3GI need to perform verification testing methods to determine whether the total reducing sugar method ICUMSA GS4 / 3-7 (2011) can be applied or applied in LP-P3GI the results are valid and reliable, so that the results of the verification the method can be used as a quality assurance testing.

In the verification method, a performance that will be tested is the precision (austerity). Precision is the degree of accuracy the value of some of the results of repeat testing. Precision test can be done by performing intra repeatability and reproducibility.

¹⁾ Mahasiswa Program Studi Teknik Kimia – UNITRI Malang

²⁾ Dosen Program Studi Teknik Kimia – UNITRI Malang

³⁾ Pembimbing penelitian – LP-P3GI Pasuruan

The results of precision test repeatability value $CV = 0.75\% < 2/3 CV$ Horwitz = 1.44%, while the intra-precision test reproducibility $CV = 1.11\% < CV$ Horwitz = 2.16%. a method of testing is said to be good if the CV value is smaller than CV Horwitz, so it could be said that the total reducing sugar method ICUMSA GS 4 / 3-7 (2011) has a good precision.

Keywords: accredited laboratory, verification methods, Test Precision

A. Pendahuluan

Di era perdagangan global dewasa ini tuntutan terhadap mutu produk barang dan jasa semakin nyata. Tuntutan tersebut tidak hanya memerlukan pembuktian yang didasarkan pada bentuk fisik barang, melainkan juga berdasarkan dokumen resmi yang menyertainya. Dokumen yang menerangkan bahwa barang tersebut telah memenuhi persyaratan mutu yang ditetapkan. Di sinilah keberadaan laboratorium pengujian standar/ yang telah terakreditasi menjadi sangat penting, yaitu untuk meningkatkan kompetensi dan kepercayaan kepada pelanggan terhadap hasil uji yang absah dan akurat. Laboratorium standar adalah laboratorium yang memenuhi kriteria yang ditetapkan dalam SNI ISO/IEC 17025:2008. (ditjenbun.pertanian.go.id)

Salah satu tugas dan fungsinya Pusat Penelitian Perkebunan Gula Indonesia (P3GI) adalah untuk membantu dalam pengujian laboratoris serta pengembangannya dalam rangka penyajian data dan informasi dibidang kualitas gula dan tetes. LP-P3GI telah terakreditasi per Desember 2013. Salah satu ruang lingkup pengujian yang telah terakreditasi adalah analisa mutu tetes.

Berdasarkan SNI ISO/IEC 17025:2008 pada klausul 5.4 menyebutkan bahwa laboratorium harus memilih metode yang sesuai, sudah dipublikasikan dalam standar internasional, regional maupun nasional, atau organisasi teknis yang

mempunyai reputasi atau dari teks atau jurnal ilmiah yang relevan. Laboratorium harus memastikan bahwa dapat menggunakan metode standar dengan baik sebelum melakukan pengujian yaitu dengan memverifikasi metode standar tersebut.

Verifikasi/ validasi terbatas/ validasi internal adalah proses pembuktian ulang melalui studi laboratorium, bahwa unjuk kerja karakteristik metode tersebut sesuai dengan persyaratan yang diminta oleh aplikasi analisis yang dimaksud di bawah kondisi yang tersedia dalam suatu laboratorium (SNI ISO/IEC 17025:2008). Jadi verifikasi metode pengujian adalah suatu uji kinerja yang dilakukan terhadap suatu metode standar sebelum diterapkan di laboratorium, untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang valid. Verifikasi juga bertujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja. Hal ini dikarenakan laboratorium yang berbeda memiliki kondisi dan kompetensi personil serta kemampuan peralatan yang berbeda. Sehingga kinerja antara satu laboratorium dengan laboratorium lainnya tidak sama.

Tetes (molasses) adalah sirup hasil putaran masakan akhir (masakan D) yang kandungan sukrosa di dalamnya tidak lagi dapat dikristalkan dengan peralatan konvensional. Secara umum tetes yang keluar dari sentrifugal mempunyai brix 85-92 dengan zat

kering 77-84%. Sukrosa yang terdapat dalam tetes bervariasi antara 25-40%, dan kadar gula reduksinya 12-35%. Untuk tebu yang belum masak biasanya kadar gula reduksi tetes lebih besar daripada tebu yang sudah masak.

Jumlah gula sebagai invert (TSAI, total sugar as invert) ialah jumlah semua gula yang ada di dalam suatu larutan yang dihitung sebagai gula reduksi setelah larutan tersebut diinversi dengan asam. Seperti diketahui gula yang terdapat di dalam nira, sirup atau tetes tebu terutama terdiri dari sukrosa (terbesar), glukosa dan fruktosa. Perbandingan glukosa dan fruktosa sekitar 1:1 jumlahnya disebut gula reduksi. Setelah larutan gula diasamkan, sukrosa terhidrolisis semuanya menjadi gula reduksi. Gula reduksi sekarang menjadi lebih banyak dari semula, yaitu berasal dari sukrosa dan dari gula reduksi asal.

ICUMSA (International Commission For Uniform Methods Of Sugar Analysis) adalah lembaga di seluruh dunia yang menyatukan kegiatan Komite Nasional untuk analisis gula. ICUMSA merupakan lembaga yang dibentuk untuk menyusun metode analisis kualitas gula dengan anggota lebih dari 30 negara.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui apakah pengujian metode total reducing sugar ICUMSA GS4/3-7 (2011) dapat diterapkan atau diaplikasikan di LP-P3GI dengan hasil yang valid dan dapat dipercaya, sehingga hasil verifikasi metode tersebut dapat dijadikan salah satu jaminan mutu pengujian.

B. Metodologi

Di dalam verifikasi metode uji total reducing sugar ICUMSA GS 4/3-7 (2011), kinerja yang akan diuji adalah selektivitas salah satunya

adalah uji presisi (kecermatan). Uji presisi metode ini dilakukan dengan 2 langkah, yang pertama keterulangan dalam periode singkat, menggunakan laboratorium, peralatan, dan analisis yang sama (repeatabilitas) dan yang kedua dengan keterulangan dalam periode lebih lama, menggunakan laboratorium dan peralatan yang sama dan dengan analisis yang berbeda (intra-reproducibility).

Penelitian ini dilaksanakan pada tanggal 19 s/d 20 Mei 2014 di Laboratorium Pusat Penelitian Perkebunan Gula Indonesia (P3GI).

Alat dan Bahan

Penelitian ini menggunakan peralatan yang telah terkalibrasi antara lain timbangan top loading merk Ohaus, beberapa alat gelas merk iwaki pyrex yaitu pipet volum (5, 10 dan 50) ml, labu ukur (200 dan 250) ml, erlenmeyer mulut lebar 300 ml, perangkat titrasi Lane & Eynon dan pemanas.

Sedangkan bahan yang digunakan dalam penelitian adalah tetes tebu dan beberapa bahan kimia PA antara lain larutan EDTA 4%, indikator methylen blue 1%, larutan fehling I dan fehling II, larutan standar gula invert, indikator PP 1%, larutan NaOH 1 N, 2 N, larutan HCl 6,34 M, 0,5 M

Uji Presisi Repeatabilitas

Uji presisi repeatabilitas dilakukan dengan melarutkan 10,00 gram sampel tetes ke dalam labu ukur 200 ml. Kemudian dilakukan pengenceran terhadap larutan sampel hingga konsentrasi larutan menjadi 0,5 gram/100 ml. Selanjutnya ditambahkan 5 ml larutan HCl 6,34 M dan dipanaskan ke dalam waterbath bersuhu 60-65°C selama 15 menit untuk menginversi larutan. Setelah larutan

dingin, tambahkan aquades, 2 tetes indikator PP, dan NaOH 2 M hingga larutan berwarna merah, untuk menetralkan kembali larutan gunakan HCl 0,5 M. Adanya kalsium dalam titran dapat mengganggu pada penetapan titik akhir titrasi, untuk mengeliminir adanya kalsium dalam titran, tambahkan 4 ml EDTA 4%, kemudian tandabatkan.

Penentuan total reducing sugar dilakukan dengan menitrasi 20 ml awal larutan sampel (sebagai titran) dengan larutan fehling A yang mengandung ion kupri (CuSO_4) dan larutan fehling B yang mengandung campuran alkali (NaOH dan $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$) masing-masing 10 ml. Gula reduksi dengan alkali (fehling B) akan membentuk enediol, kemudian enediol ini dengan kupri (fehling A) akan membentuk ion kupro dan campuran asam-asam. Selanjutnya ion kupro dalam suasana basa akan membentuk kupro hidroksida yang dalam keadaan panas mendidih akan mengendap menjadi endapan kupro oksida (Cu_2O) yang berwarna merah bata. Pada saat larutan mendidih tambahkan indikator methylen blue, dan lanjutkan titrasi. Gula reduksi dapat mereduksi larutan fehling menjadi tembaga oksida yang mengendap berwarna merah bata (ion kupri tereduksi menjadi ion kupro) yang merupakan titik akhir titrasi. Banyaknya jumlah endapan Cu_2O bergantung pada banyaknya gula reduksi dalam larutan gula. Hitung kadar yang didapat dari sampel dan ulangi pengujian di atas 10 kali, kemudian hitung dengan rumus sebagai berikut:

- Rata-rata (\bar{X}) = $\frac{\sum x}{n}$
- Standar Deviasi (SD) = $\sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$
- Relative Standar Deviasi (RSD)
%RSD = $\frac{SD}{\bar{X}}$

- Hitung CV Horwitz
CV = RSD x 100%
CV Horwitz = $2^{(1-0,5 \log C)}$
Keterangan:
C merupakan fraksi konsentrasi
- Syarat Keberterimaan:
Repitabilitas = %RSD < 2/3 CV
Horwitz

Uji Presisi Intra Reprodusibilitas

Uji presisi intra reprodusibilitas dilakukan dengan menganalisis sesuai dengan metode uji di atas, dengan 10 kali ulangan, menggunakan contoh yang sama, laboratorium dan peralatan yang sama, analisis yang berbeda, dan waktu yang berbeda. Hitung kadar yang didapat dari sampel dengan rumus sebagai berikut:

- Rata-rata (\bar{X}) = $\frac{\sum x}{n}$
- Standar Deviasi (SD) = $\sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$
- Relative Standar Deviasi (RSD)
%RSD = $\frac{SD}{\bar{X}}$
- Hitung CV Horwitz
CV = RSD x 100%
CV Horwitz = $2^{(1-0,5 \log C)}$
Keterangan:
C merupakan fraksi konsentrasi
Syarat Keberterimaan:
Reprodusibilitas = %RSD < CV
Horwitz

C. Hasil Dan Pembahasan

Uji Presisi

Uji presisi metode ini dilakukan dengan cara keterulangan yang dilakukan oleh penguji/ analisis yang sama atau repitabilitas. Hasil pengujian Total reducing sugar metode ICUMSA GS 4/3-7 (2011) adalah sebagai berikut:

Tabel Hasil Uji Repeatabilitas

Ulangan ke	%TSAI
1	61.97
2	60.86
3	60.50
4	60.68
5	60.50
6	60.50
7	60.50
8	60.68
9	60.50
10	60.50
Rata-rata	60.72
SD	0.456519
% RSD = CV	0.751856
CV Horwitz	2.155971
2/3 CV horwitz	1.437314
Hasil	BAIK

Berdasarkan tabel 4.1.1 nilai % RSD atau CV dari pengujian ini adalah 0,75% sedangkan 2/3 CV Horwitz yang dihitung adalah 1,44%. Dari hasil tersebut tampak bahwa CV dari hasil pengujian dengan metode ini lebih kecil dari 2/3 CV Horwitz. Menurut validasi metode BBIA (2011) suatu metode pengujian dikatakan baik jika nilai CV nya lebih kecil dari 2/3 CV Horwitz, sehingga bisa dikatakan bahwa metode uji total reducing sugar ICUMSA GS 4/3-7 (2011) mempunyai presisi yang baik.

Sedangkan uji presisi metode yang dilakukan dengan cara keterulangan oleh penguji/ analis yang berbeda dengan waktu yang berbeda atau intra reproduibilitas, hasil pengujian Total reducing sugar metode ICUMSA GS 4/3-7 (2011) adalah sebagai berikut:

Tabel Hasil Uji Intra Reproduibilitas

Ulangan ke	Analisis I	Analisis II
1	61.97	
2	60.86	59.34
3	60.50	59.68
4	60.68	60.74
5	60.50	60.91
6	60.50	60.91
7	60.50	61.09
8	60.68	61.46
9	60.50	61.46
10	60.50	61.83
Rata-rata	60.72	60.82
SD	0.456519	0.822794
%RSD = CV	0.751856	1.352728
CV Horwitz	2.155971	2.155406
2/3 CV horwitz	1.437314	1.436937
Hasil	BAIK	BAIK
Rata-rata	61.07	
SD	0.677643999	
%RSD = CV	1.10963361	
CV Horwitz	2.15410564	

Berdasarkan tabel 4.1.2 nilai CV dari pengujian ini adalah 1,11% sedangkan CV Horwitz yang dihitung adalah 2,16%. Dari hasil tersebut tampak bahwa CV dari hasil pengujian dengan metode ini lebih kecil dari CV Horwitz. Menurut validasi metode BBIA (2011) suatu metode pengujian dikatakan baik jika nilai CV nya lebih kecil dari CV Horwitz, sehingga bisa dikatakan bahwa metode uji total reducing sugar ICUMSA GS 4/3-7 (2011) mempunyai presisi yang baik.

D. Kesimpulan

Kesimpulan

Metode uji total reducing sugar metode ICUMSA GS 4/3-7 (2011) telah

diverifikasi dan memiliki presisi yang baik. Dan dari verifikasi ini maka metode uji total reducing sugar metode ICUMSA GS 4/3-7 (2011) dapat digunakan atau diaplikasikan di LP-P3GI sebagai metode uji yang baik dengan hasil yang valid dan dapat dipercaya, sehingga hasil verifikasi metode tersebut dapat dijadikan salah satu jaminan mutu pengujian.

Saran

Metode Uji Total Reducing Sugar ICUMSA GS4/3-7 (2011) ini telah diverifikasi dengan uji presisi repitabilitas dan uji presisi intra reproduibilitas dan memiliki presisi yang baik, tetapi belum dilakukan uji presisi inter Reprodibilitas. Selanjutnya mungkin dapat dilakukan uji presisi inter reproduibilitas dengan laboratorium terakreditasi lainnya.

E. Daftar Pustaka

- Anonim.2011. *Instruksi Kerja Validasi/Verifikasi Metode. P3GI*. Pasuruan.
- Anonim.2011. *Sesi I: Pengantar dan Filosofi Validasi Metode*.BBIA. Bogor.
- Anonim.2011. *Sesi II: Perhitungan Statistik dalam Kimia Analisis*. BBIA. Bogor.
- Anonim.2011. *Sesi III: Teknik dan Evaluasi Validasi Metode*. BBIA. Bogor.
- Anonim.2014. *Sesi II: Perhitungan Statistik dalam Kimia Analisis*. BBIA. Bogor.
- Anonim.2014. *Sesi II: Perhitungan Statistik dalam Kimia Analisis*. BBIA. Bogor.

ICUMSA Method GS4/3-7.2011. *The Determination of Total Reducing Sugars in Molasses and refined Syrups after Hydrolysis by the Lane & Eynon Constant Volume Procedure-Official*.

Panitia PK 03-01 Lembaga Penilaian Kesesuaian. 2008. *Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pegujian dan Laboratorium Kalibrasi ISO/IEC 17025:2005, IDT*. Depok

Santoso, BE, dkk. Pajalah Penelitian Gula. *Penentuan Kadar Glukosaa dan Fruktosa dalam Tetes Tebu Menggunakan Metode Gabungan Polarisasi Ganda, Lane 7 Eynon dan Persamaan Standar Gula*. P3GI. Pasuruan.

Sari, Rika.A. 2011. *Validation Methode Practice*. BBIA. Bogor.