



## Estimasi Angka Ketidakpastian Asal Kalibrasi Instrumen Terhadap Pengujian Kualitas CPO

Tri Esti Purbaningtias <sup>a,\*</sup>, Bayu Wiyantoko <sup>a</sup>, Rudy Syah Putra <sup>b</sup>, Yorfan Ruwindya <sup>a</sup>, Suci Miranda <sup>c</sup>, Rofi'atun Nashriyah <sup>d</sup>, dan Bagoes Wibowo <sup>d</sup>

<sup>a</sup>Program Studi Analisis Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia

<sup>b</sup>Program Studi Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia

<sup>c</sup>Jurusan Teknik Industri, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Islam Indonesia

<sup>d</sup>Laboratorium Kalibrasi, Laboratorium Terpadu, Universitas Islam Indonesia

\* corresponding author: [tri.esti.p@uui.ac.id](mailto:tri.esti.p@uui.ac.id)

DOI : [10.20885/ijca.vol5.iss2.art9](https://doi.org/10.20885/ijca.vol5.iss2.art9)

### ARTIKEL INFO

Diterima : 25 Agustus 2022  
 Direvisi : 20 September 2022  
 Diterbitkan : 23 September 2022  
 Kata kunci : Kalibrasi, Neraca Analitik, Spektrofotometer UV-Visibel, *Crude Palm Oil*

### ABSTRAK

Telah dilakukan kajian pengaruh kalibrasi peralatan terhadap estimasi angka ketidakpastian dalam pengujian *moisture and impurities* (M&I) dan *deterioration of bleachability index* (DOBI) pada *crude palm oil* (CPO). Hasil kalibrasi neraca analitik Ohaus PA224 menggunakan anak timbangan kelas E2 (20-200 g) menunjukkan nilai koreksi kurang dari 0,1% dan sesuai persyaratan Organization Internationale De Métrologie Légale (OIML R 111-1 Edition 2004) and The United States Pharmacopeial Convention (USP-41). Pengaruh kalibrasi neraca terhadap perhitungan ketidakpastian pengukuran *moisture* relatif kecil yaitu 0,00031% dan 0,00032% serta pengukuran *impurities* sebesar 0,00991% dan 0,01039%. Sementara kalibrasi spektrofotometer UV-Visibel didasarkan pada *The United States Pharmacopeial Convention* (USP-40) bagian 857 terkait *Ultraviolet-Visible Spectroscopy* menggunakan bahan acuan tipe *NIST neutral density standards*. Hasil kalibrasi dengan nilai ketidakpastian (U95),  $k = 2$  untuk semua filter dan panjang gelombang sebesar 0,005-0,008 yang memiliki rata-rata sebesar 0,00545, menunjukkan pemenuhan persyaratan absorbansi tidak melebihi  $\pm 0,008$ . Pengaruh kalibrasi spektrofotometer UV-Visibel terhadap estimasi ketidakpastian analisis DOBI pada sampel CPO sebesar 2,3% untuk kedua sampel. Hasil ini menunjukkan bahwa neraca analitik yang digunakan untuk pengujian DOBI pada sampel CPO dalam kondisi yang baik, karena memiliki nilai persentase ketidakpastian kurang dari 10% dari nilai DOBI terukur.

### ARTICLE INFO

Received : 25 August 2022  
 Revised : 20 September 2022  
 Published : 23 September 2022  
 Keywords : Calibration, Analytical Balance, Spectrophotometer UV-Visible, *Crude Palm Oil*

### ABSTRACT

A study has been carried out on the effect of calibration of testing equipment for *moisture and impurities* (M&I) and *deterioration of bleachability index* (DOBI) on *crude palm oil* (CPO). The calibration focuses on analytical balances and UV-Visible spectrophotometers as part of the requirements of the ISO/IEC 17025:2017 Testing Laboratory certification. Assessment of the



---

*condition of the analytical balance is guided by two references, namely the Organization Internationale De Métrologie Légale (OIML R 111-1 Edition 2004) and The United States Pharmacopeial Convention (USP-41). The calibration using E2 class (20-200 g) for Ohaus PA224 analytical balance resulted the correction value less than 0,1% and meet the USP-41 requirements. The impact of the calibration on the calculation of the uncertainty for the moisture measurement are very small, namely 0.00031% and 0.00032% as well as the measurement of impurities are 0.00991% and 0.01039%. Meanwhile the calibration of the UV-Visible spectrophotometer is based on The United States Pharmacopeial Convention (USP-40) part 857 regarding Ultraviolet-Visible Spectroscopy using NIST neutral density standards as reference materials. An uncertainty value (U95),  $k = 2$  from UV-Visible spectrophotometer calibration gave good results for all filters and wavelength range of 0.005-0.008 with average of 0.00545 which meets the absorbance requirements not exceeding  $\pm 0.008$ . The UV-Visible spectrophotometer calibration provides the uncertainty value from DOBI analysis of 2.3% for both samples where the evaluation showed DOBI testing on the CPO sample is good due to the uncertainty percentage less than 10%.*

---

## 1. PENDAHULUAN

Minyak sawit merupakan salah satu komoditi unggulan di pasar ekspor dikarenakan Indonesia adalah produsen terbesar *crude palm oil* (CPO) di dunia yaitu 36 juta ton CPO/tahun berdasarkan data di tahun 2017. Sebagai salah satu jenis minyak nabati, minyak kelapa sawit masih menjadi bahan baku utama beragam jenis produk turunannya baik pangan maupun non pangan. Kualitas produk turunan CPO dipengaruhi oleh kualitasnya selaku bahan baku serta parameter-parameter proses pengolahan seperti temperatur proses dan kekuatan vakum. Parameter kualitas bahan baku CPO yang mempengaruhi proses pengolahan antara lain *free fatty acid* (FFA), *moisture and impurities* (M&I), *peroxide value* (PV), *iodine value* (IV), dan *deterioration of bleachability index* (DOBI). Parameter M&I serta DOBI merupakan bagian dari standar mutu internasional Codex, Stan 210-1999, PORAM, maupun SNI 01-2901-2006 [1].

Parameter M&I menjadi bagian standar mutu internasional dengan acuan maksimal 0,1-1% untuk beragam produk olahan minyak sawit [2]. Sementara parameter DOBI belum masuk dalam acuan SNI CPO meskipun beberapa industri rafinasi didalam negeri dan negara pengimpor telah mempersyaratkan DOBI sebagai syarat mutu CPO, yang mana rata-rata kadar DOBI pada CPO Indonesia relatif rendah (<2) [3]. PORAM menetapkan kadar minimum DOBI pada CPO sebesar 2,5 dan maksimum 4 [4]. Pengujian parameter M&I dan DOBI yang diterapkan oleh laboratorium harus sesuai untuk setiap analisa dan kalibrasi yang dilakukan, baik dari pengambilan sampel, transportasi, proses pengujian, hingga penentuan ketidakpastian pengukurannya. Metode yang diterapkan harus mengacu pada standar yang telah diakui baik secara nasional maupun internasional. Penerapan standar dalam laboratorium sangat berguna untuk menjamin mutu pengujian yang mana M&I secara metode gravimetri [5] dan DOBI secara spektrofotometri [4]. Laboratorium perlu menyiapkan peralatan pengujian yang terpelihara dan terkalibrasi guna mencegah kegagalan serta bekerja sesuai dengan reliabilitas yang diperlukan untuk menghasilkan mutu pengujian yang baik. Neraca analitik adalah peralatan penting untuk dikalibrasi dalam uji M&I dan spektrofotometer UV-Visibel untuk DOBI masing-masing melalui *level of balance*, letak *waterpass*, *zero point*, dan kebersihan serta akurasi panjang gelombang dan reproduibilitas [6].

Pada penelitian ini akan dilakukan kajian pengaruh proses kalibrasi peralatan pada analisis kualitas CPO meliputi uji M&I dan DOBI. Secara umum, kalibrasi umumnya dilakukan untuk menunjang presisi dan akurasi pengukuran sehingga selisih antara nilai terukur dan nilai sebenarnya tidak ada atau sangat kecil. Kalibrasi neraca analitik yang dilakukan pada penelitian ini meliputi

parameter repeatabilitas, linearitas, dan akurasi menggunakan beragam anak timbangan guna melihat kondisinya berdasarkan persyaratan USP-41 [7]. Hasil kalibrasi yang didapat digunakan untuk menghitung ketidakpastian pada pengujian *moisture* dan *impurities*. Pada pengujian DOBI, kalibrasi spektrofotometer UV-Visibel mengikuti pedoman *United States Pharmacopeial Convention* (USP-40) bagian 857 yang hasilnya akan digunakan untuk menghitung ketidakpastian dari pengujian DOBI yaitu pada panjang gelombang 268 nm dan 444 nm [8]. Ketidakpastian pengukuran dari suatu pengujian dilakukan untuk menilai kinerja prosedur pengujian, pengendalian dan jaminan mutu pengujian. Estimasi ketidakpastian juga dilakukan untuk memastikan proses pengukuran stabil dan terkendali. Hal-hal yang mempengaruhi nilai estimasi ketidakpastian pada pengujian biasanya mencakup staf analis yang memenuhi syarat, pemeliharaan dan kalibrasi peralatan, penggunaan reagen yang tepat, penggunaan standar acuan yang sesuai, prosedur pengukuran terdokumentasi, dan penggunaan bagan kendali yang sesuai [9]

## 2. METODE

### 2.1. Kalibrasi Instrumen

#### 1) Neraca Analitik

Anak Timbangan Kelas E2 dengan variasi berat 20 hingga 200 g ditimbang dengan neraca analitik *Ohaus PA224*. Penggunaan anak timbangan kelas E2 dilakukan sebagai syarat kalibrasi neraca analitik dengan tingkat akurasi ketelitian  $\leq 0,001$  g (Kelas I) [10]. Pembacaan alat saat anak timbangan ada di atas pan dan saat tanpa beban dicatat. Nilai koreksi dari neraca analitik dihitung dengan rumus pada persamaan 1.

$$C = M - (\overline{r - z}) \quad (1)$$

$C$  = Koreksi  
 $M$  = Nilai dari anak timbangan  
 $r$  = Pembacaan alat saat anak timbangan ada di atas pan  
 $z$  = Pembacaan nol saat tanpa beban  
 $(\overline{r - z})$  = Rata-rata selisih pembacaan  $r$  dan  $z$ .

Persamaan ketidakpastian gabungan *corrections to balance reading*:

$$u_c^2 = (u_M \cdot c_M)^2 + (u_R \cdot c_R)^2 + (u_r \cdot c_r)^2 + (u_l \cdot c_l)^2 + (u_B \cdot c_B)^2 \quad (2)$$

Persamaan derajat bebas efektif ( $V_{eff}$ )

$$V_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{V_i}} \quad (3)$$

Dimana  $u_c$  : ketidakpastian gabungan  
 $u_{1, \dots, n}$  : ketidakpastian standard tiap-tiap sumber ketidakpastian  
 $V_i$  : derajat bebas untuk tiap-tiap sumber ketidakpastian  
 $V_{eff}$  : derajat bebas efektif

Ketidakpastian bentangan ( $u_{95\%}$ )

$$u_{95\%} = k \cdot u_c \quad (4)$$

Dimana  $u_{95\%}$  : ketidakpastian bentangan dengan CL 95 %  
 $k$  : faktor cakupan yang diperoleh dari nilai distribusi student untuk CL 95% dan derajat kebebasan ( $V_{eff}$ ) yang telah dihitung  
 $u_c$  : ketidakpastian gabungan

Penjelasan terkait penentuan nilai ketidakpastian baku dapat dilihat pada Tabel 1.

TABEL I. Panduan Penentuan Nilai Ketidakpastian Baku ( $u$ )

No	Komponen	Simbol	Koef. sensitifitas	Panduan penentuan nilai $u$
1	Mass Standard	$u(M)$	1	Nilai yang digunakan berdasarkan sertifikat kalibrasi standard, dibagi dengan $k$ (faktor cakupan) = 2, $v = 60$ . Apabila ada kombinasi massa standard maka nilai yang digunakan hasil penjumlahan dari ketidakpastian massa standard yang dikombinasikan.
2	Repeatability	$u(R)$	1	Nilai yang digunakan adalah dari $S_d$ (standar deviasi) dengan $v = n-1$ atau $0.82 \cdot 0.5 \cdot \text{resolusi}$ dengan $v = 1000$ . Pilih yang paling besar nilainya, $k = 1$ .
3	Rounding / Resolusi	$u(r)$	1	Nilai Hasil akhir pengukuran (Koreksi dan $U$ ). nilainya $0.5 \cdot \text{Resolusi}$ , $k = \sqrt{3}$ , $v = 200$
4	Mass Instability / Drift	$u(I)$	1	Jika baru pertama kali standar dikalibrasi, maka nilai yang digunakan adalah $8\% \text{MPE}$ , $k = \sqrt{3}$ , $v = 200$ . $\text{MPE} = \text{Maximum permissible error}$ . Jika telah lebih dari satu kali standar dikalibrasi, maka nilai yang digunakan adalah $I \cdot \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{\delta y}{\delta t}$ , $k = \sqrt{3}$ , $v = 200$ . $I = \text{daily drift rate}$ (jumlah hari dalam satu siklus kalibrasi, jika satu siklus adalah 1 tahun, dapat diestimasi menjadi 365,25 hari). $n = \text{banyaknya analisa drift}$ (contoh: ada 3 riwayat kalibrasi, maka $n = 2$ ). $\delta y = \text{nilai aktual terbaru} - \text{nilai aktual sebelumnya}$ . $\delta t = \text{rentang waktu satu siklus kalibrasi}$ (sesuai tanggal kalibrasi sertifikat).
5	Air Bouyancy	$u(B)$	1	Nilai yang digunakan adalah $1 \text{ ppm} \times \text{Massa Standar}$ yang digunakan, $k = \sqrt{3}$ , $v = 200$ .

## 2) Spektrofotometer UV-Visibel

Kalibrasi spektrofotometer UV-Visibel *Hitachi UH5300* dilakukan dengan mengamati akurasi fotometrik instrumen dengan menggunakan filter standar *Hellma Analytix* No 7387, E2375, dan E019. Nilai koreksi kalibrasi spektrofotometer UV-Visibel dihitung dengan persamaan 5.

$$C = S - A \quad (5)$$

Dimana,  
 $C = \text{Koreksi}$   
 $S = \text{Nilai dari standar}$   
 $A = \text{Nilai dari Pembacaan alat}$

Nilai ketidakpastian kalibrasi akurasi fotometrik pada kalibrasi spektrofotometer dihitung berdasarkan persamaan 6 dan 7.

$$KAbs = Abs_0 - Abs + \mu Abs_0 + \mu Abs + \mu drift \quad (6)$$

Dengan

$$\mu Abs = \mu Abs_{rep} + \mu Abs_{res} \quad (7)$$

Dimana,

$KAbs$  : koreksi nilai *absorbance* pada satu panjang gelombang

- $Abs_0$  : nilai *absorbance* acuan sesuai dengan sertifikat  
 $Abs$  : nilai penunjukan *absorbance*  
 $\mu Abs_0$  : ketidakpastian pengukuran acuan dengan nilai sesuai yang tertera pada sertifikat. Nilai ketidakpastian ini memiliki fungsi distribusi sebaran kebolehjadian (*probability distribution function/ PDF*) normal dengan tingkat kepercayaan dan faktor cakupan  $k$  sesuai dengan yang dinyatakan pada sertifikat.  
 $\mu Abs$  : ketidakpastian pengukuran instrumen  
 $\mu Abs, rep$  : daya ulang penunjukan nilai *absorbance*. Ketidakpastian pengukuran instrumen yang berasal dari perulangan penunjukan *absorbance*, nilai ini didapatkan dari standar deviasi.  
 $\mu \lambda, res$  : ketidakpastian pengukuran instrumen yang berasal dari resolusi penunjukan nilai *absorbance* yang memiliki PDF *rectangular* dan dihitung dengan,  
 $\mu \lambda, res = 1/2 \times \text{angka terkecil indikator}$   
 $\mu drift$  : Ketidakpastian pengukuran yang berasal dari pergeseran nilai acuan (*long-term drift*)

## 2.2. Pengujian Kualitas Crude Palm Oil (CPO)

### 1) Analisis Moisture and Impurities (M&I)

Sampel CPO ditimbang sebanyak 10 g menggunakan cawan gelas yang bersih dan kering yang telah diketahui massa awalnya (saat kosong). Sampel dimasukkan ke dalam oven bersuhu 130°C selama 30 menit, lalu dinginkan ke dalam desikator. Sampel ditimbang setelah dipastikan dingin. Nilai *moisture* dari sampel ditentukan dengan rumus pada persamaan 8.

$$\text{Moisture (\%)} = \frac{(\text{massa sampel basah} - \text{massa sampel kering})}{\text{massa sampel basah}} \times 100\% \quad (8)$$

Dimana,

massa sampel basah adalah selisih massa cawan isi dan kosong sebelum dipanaskan  
 massa sampel kering adalah selisih massa cawan isi dan kosong setelah dipanaskan

Untuk uji *impurities*, sampel yang telah digunakan untuk analisa *moisture* dilarutkan dengan 50 mL n-heksana kemudian dipanaskan hingga sampel larut sempurna. Larutan sampel disaring menggunakan vakum dengan kertas saring yang telah diketahui bobotnya. Kertas saring yang telah digunakan untuk menyaring sampel dipanaskan dengan oven pada suhu 101°C. Kertas saring yang telah kering didinginkan dalam desikator, dan ditimbang setelah dingin. Kadar *impurities* pada sampel dihitung berdasarkan persamaan 9.

$$\text{Impurities (\%)} = \frac{(W_a - W_b)}{W_c} \times 100\% \quad (9)$$

Dimana,

$W_a$  : Massa Kertas Saring + Sampel sebelum dipanaskan (g)  
 $W_b$  : Massa Kertas Saring + Sampel setelah dipanaskan (g)  
 $W_c$  : Massa Sampel (g)

Nilai M&I dapat dihitung berdasarkan data *moisture* dan *impurities* sesuai persamaan 10.

$$\text{M\&I (\%)} = \% \text{moisture} + \% \text{impurities} \quad (10)$$

Gambaran ringkas prosedur analisis M&I dapat dilihat pada Gambar 1.

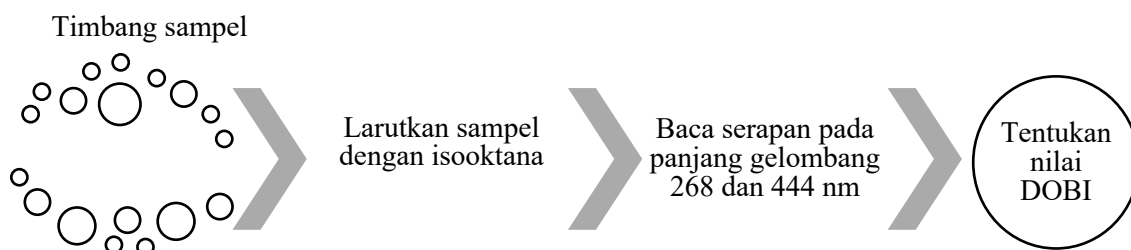


GAMBAR 1. Skema Kerja Analisis *Moisture* dan *Impurities* (M&I)

## 2) Analisis *Deterioration of Bleachability Index* (DOBI)

Sampel CPO ditimbang sebanyak 0,1 g dan dilarutkan dengan isooktana dalam labu ukur 25 mL. Nilai absorbansi larutan sampel tersebut diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Visibel *Hitachi UH5300* pada panjang gelombang 268 nm dan 444 nm. Absorbansi yang didapat dari masing-masing pembacaan Panjang gelombang dicatat. Indeks pemucatan sampel atau *Deterioration of Bleachability Index* (DOBI) dihitung dengan persamaan 11. Skema ringkas terkait prosedur analisis DOBI dapat dilihat pada Gambar 2.

$$DOBI = \frac{\text{Absorbansi pada } 444 \text{ nm}}{\text{Absorbansi pada } 268 \text{ nm}} \quad (11)$$



Gambar 2. Skema Analisis *Deterioration of Bleachability Index* (DOBI)

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 3.1. Kalibrasi Neraca Analitik

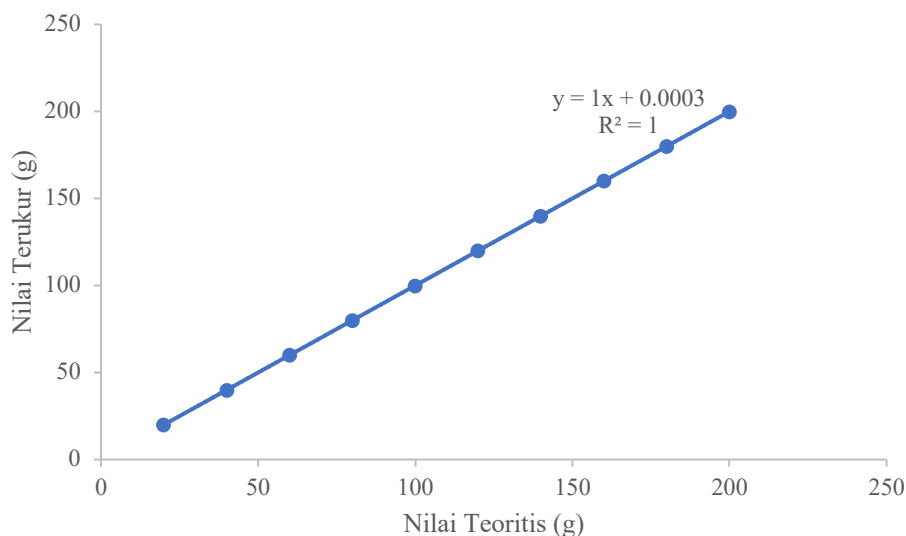
Kebutuhan terkait kalibrasi alat diperlukan sebagai syarat kualitas instrumen pada sertifikasi laboratorium pengujian ISO/IEC 17025:2017. Pada SR-03 Persyaratan Tambahan untuk Akreditasi Laboratorium Pengujian Kimia dan Biologi, mengatur terkait jaminan mutu peralatan yang digunakan dalam laboratorium pengujian khususnya di bidang kimia dan biologi. Penjaminan mutu terkait kondisi neraca terbagi menjadi 3 tipe waktu yaitu penilaian kondisi neraca analitik di setiap pemakaian, setiap bulan, dan setiap 6 bulan. Penjaminan mutu kondisi neraca analitik saat pemakaian seperti letak *waterpass*, *zero point*, dan kebersihan. Penilaian kondisi setiap bulan dapat dilihat melalui nilai akurasi dari pengukuran anak timbang (*reference weights*) pada satu titik (titik maksimum). Penjaminan mutu terakhir yaitu setiap 6 bulan dilakukan repeatabilitas, linearitas,

akurasi dari pengukuran anak timbang (*reference weights*) [6]. Penilaian kondisi neraca analitik dapat berdasarkan dua acuan yaitu *Organisation Internationale De Métrologie Légale* (OIML R 111-1 Edition 2004) [10] dan *The United States Pharmacopeial Convention* (USP-41) [7].

Hasil kalibrasi neraca analitik *Ohaus PA224* menggunakan anak timbangan kelas E2 dapat dilihat pada Tabel 2. Pada OIML R 111-1 telah ditetapkan nilai maksimal ketidakpastian untuk masing-masing kelas anak timbang dan beratnya. Anak timbang kelas E2 dengan berat 20, 100, dan 200 g memiliki maksimal kesalahan berturut-turut sebesar 0,00008; 0,00016; dan 0,0003 g. Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa kesalahan (ketidakpastian) untuk anak timbang 20, 100, dan 200 telah memenuhi syarat keberterimaan, sehingga dapat dikatakan kondisi neraca analitik dalam keadaan baik dan terkendali [10]. Pada persyaratan USP-41, dikatakan bahwa kondisi neraca analitik dapat dikatakan baik dengan melihat nilai akurasi dan presisi kalibrasi. Nilai akurasi baik jika koreksi untuk masing-masing anak timbang tidak melebihi 0,1% berat anak timbang, dan nilai presisi yang baik jika nilai repeatabilitasnya tidak melebihi 0,1% [7]. Standar deviasi pada Tabel 2 menunjukkan nilai 0,000057 g untuk anak timbang 100 g dan 0,000052 g untuk anak timbang 200 g sehingga nilai repeatabilitasnya sebesar 0,000057% untuk anak timbang 100 g dan 0,000026% untuk anak timbang 200 g. Oleh karena itu dapat dikatakan presisi neraca analitik sesuai persyaratan. Nilai koreksi yang ditunjukkan pada Tabel 2 untuk seluruh anak timbang 20-200 g memiliki nilai kurang dari 0,1% berat anak timbang, sehingga nilai akurasi dapat dikatakan baik dan sesuai persyaratan. Linearitas kesesuaian pembacaan neraca analitik untuk berbagai skala anak timbang dapat dilihat pada Gambar 3. Berdasarkan Gambar 3 dapat dilihat bahwa linearitas antara teori dan penunjukkan alat baik dengan nilai  $r$  sama dengan 1.

TABEL II. Hasil Kalibrasi Neraca Analitik

<b>Kemampuan Baca Kembali (<i>Repeatability</i>)</b>		
<b>Nilai Nominal (g)</b>	<b>Standar Deviasi 10 kali Pembacaan (g)</b>	<b>Perbedaan Maksimum Antara Pembacaan Berturut-turut (g)</b>
100	0,000057	0,0002
200	0,000052	0,0001
<b>Koreksi dari Nilai Nominal</b>		
<b>Nilai Nominal (g)</b>	<b>Koreksi (g)</b>	<b>Ketidakpastian Terhitung (<math>\pm</math> g)</b>
20	0,00013	0,00008
40	0,00007	0,0001
60	0,0001	0,00011
80	0,00008	0,00014
100	0,00012	0,00014
120	-0,0001	0,00017
140	-0,00021	0,0002
160	-0,00048	0,00022
180	-0,00065	0,00025
200	-0,00011	0,00026



GAMBAR 3. Linearitas Neraca Analitik pada Rentang 20-200 g

### 3.2. Pengaruh Kalibrasi Neraca terhadap Analisis *Moisture and Impurities* (M&I) pada *Crude Palm Oil* (CPO)

Hasil analisis *moisture* CPO dapat dilihat pada Tabel 3. Nilai minimal dan maksimal untuk *moisture* tidak disebutkan dalam Palm Oil Research Institute of Malaysia (PORIM) [3], *Palm Oil Regional Assosiation of Malaysia* (PORAM) [2], maupun CODEX 210 (*International Food Standards* untuk *Vegetable Oils*) [11]. Kajian terbaru pada standar CODEX 210 fokus pada parameter angka asam dan indeks bias *palm oil* serta *palm kernel oil*, belum pada parameter M&I [12]. Akan tetapi, nilai *moisture* akan digunakan untuk mencari nilai *Moisture and Impurities* (M&I) yang pada PORAM disyaratkan maksimal 0,1%. Nilai *moisture* untuk kedua sampel CPO sebesar 0,3334% untuk sampel 1, dan 0,1713% untuk sampel 2.

TABEL III. Hasil Analisis *Moisture* pada Sampel CPO

Sampel	Massa Cawan Kosong (g)	Massa Cawan + Sampel (g)	Massa Cawan + Sampel Kering (g)	Massa Sampel (g)	<i>Moisture</i> (%)
1	61,4153	66,4245	66,4078	5,0092	0,3334
2	51,1039	56,1249	56,1163	5,0210	0,1713

Pengaruh hasil kalibrasi terhadap perhitungan ketidakpastian pengukuran *moisture* dapat dilihat pada Tabel 4. Analisis *moisture* dilakukan untuk menentukan kelembaban dan bahan lain yang mudah menguap di bawah kondisi pengujian [13]. Nilai ketidakpastian neraca analitik diambil berdasarkan nilai interpolasi ketidakpastian terhitung dari nilai nominal 60-80 g pada Tabel 2. Nilai ketidakpastian hasil interpolasi kemudian dibagi dengan 2 ( $k=2$ ) untuk mendapatkan nilai ketidakpastian baku neraca analitik  $\mu(x)$ . Nilai ketidakpastian baku akan berbeda-beda untuk tiap penimbangan berdasarkan hasil interpolasinya. Ketidakpastian gabungan ( $\mu_c$ ) dan ketidakpastian diperluas dengan persentase keberterimaan 95% ( $\mu_U$ ) dihitung berdasarkan persamaan 12 dan 13.

$$\mu_c = \sqrt{\left(\frac{\mu(x_1)}{x_1}\right)^2 + \left(\frac{\mu(x_2)}{x_2}\right)^2 + \left(\frac{\mu(x_3)}{x_3}\right)^2} + dst \quad (12)$$

$$U_r = \mu_c \times 2 \quad (13)$$

Tabel 4 menunjukkan bahwa pengaruh kalibrasi neraca pada ketidakpastian pengujian relatif kecil jika dibandingkan dengan nilai *moisture* yang dilaporkan pada sampel, yaitu 0,00031% untuk sampel



1 dan 0,00032% untuk sampel 2.

TABEL IV. Hasil Perhitungan Ketidakpastian *Moisture* pada Sampel CPO Berdasarkan Hasil Kalibrasi Neraca Analitik

<b>Sampel 1</b>				
<b>Parameter</b>	<b>Nilai x</b>	<b><math>\mu(x)</math></b>	<b><math>\mu/x</math></b>	<b><math>(\mu/x)^2</math></b>
Massa Cawan Kosong (g)	61,4153	0,0000561	0,0000009	8,33E-13
Massa Cawan + Sampel (g)	66,4245	0,0000598	0,0000009	8,11E-13
Massa Cawan + Sampel Kering (g)	66,4078	0,0000598	0,0000009	8,11E-13
Jumlah				2,46E-12
Cs (%)				0,333387
$\mu c$ (%)				5,22E-07
$\mu U$ (%)				1,04E-06
Persentase Ketidakpastian terhadap <i>Moisture</i> (%)				0,00031
<b>Sampel 2</b>				
<b>Parameter</b>	<b>Nilai x</b>	<b><math>\mu(x)</math></b>	<b><math>\mu/x</math></b>	<b><math>(\mu/x)^2</math></b>
Massa Cawan Kosong (g)	51,1039	0,0000483	0,0000009	8,94E-13
Massa Cawan + Sampel (g)	56,1249	0,0000521	0,0000009	8,62E-13
Massa Cawan + Sampel Kering (g)	56,1163	0,0000521	0,0000009	8,62E-13
Jumlah				2,62E-12
Cs (%)				0,1713
$\mu c$ (%)				2,77E-07
$\mu U$ (%)				5,54E-07
Persentase Ketidakpastian terhadap <i>Moisture</i> (%)				0,00032

Analisis *impurities* adalah analisis lanjutan dari *moisture* dan merupakan *insoluble impurities*, yaitu, kadar pengotor yang tidak terlarut. Hasil analisis *impurities* dapat dilihat pada Tabel 5. Nilai *impurities* untuk kedua sampel CPO berkisar antara 0,7409-0,8844%. Hasil ini tidak sesuai dengan yang dipersyaratkan dalam CODEX 210 (*International Food Standards* untuk *Vegetable Oils*) yang menyatakan bahwa nilai *insoluble impurities* maksimal sebesar 0,05% [11]. Nilai *impurities* yang tinggi menandakan kandungan kontaminan atau pengotor yang banyak dalam sampel CPO. Tingginya kontaminan ini akan dapat dibuktikan dari nilai *Deterioration of Bleachability Index* (DOBI) yang rendah pada pengujian berikutnya.

TABEL V. Hasil Analisis *Impurities* pada CPO

<b>Sampel</b>	<b>Massa Kertas Saring (g)</b>	<b>Massa Kertas Saring + Sampel Basah (g)</b>	<b>Massa Kertas Saring + Sampel Kering (g)</b>	<b>Massa Sampel (g)</b>	<b><i>Impurities</i> (%)</b>
1	0,4899	1,1244	1,0801	5,0092	0,8844
2	0,4909	1,1763	1,1391	5,0210	0,7409

Penentuan ketidakpastian analisis *impurities* didasarkan pada kalibrasi neraca analitik. Nilai ketidakpastian baku neraca  $\mu(x)$  pada pengujian *impurities* tidak dapat ditentukan berdasarkan nilai interpolasi. Hal ini dikarenakan nilai terendah pada proses kalibrasi neraca analitik adalah 20 g, sedangkan penimbangan pengujian *impurities* antara 1-5 g. Oleh karena itu, nilai  $\mu(x)$  yang digunakan adalah nilai ketidakpastian dari nominal 20 g dibagi dengan 2 (nilai cakupan 95%,  $k=2$ ) [9]. Hasil perhitungan ketidakpastian pada pengujian *impurities* sampel CPO dapat dilihat pada Tabel 6. Kalibrasi neraca analitik memberikan sumbangan ketidakpastian pengujian *impurities* yang sangat rendah untuk kedua sampel yaitu sebesar 0,01039% untuk sampel 1 dan 0,00991% untuk sampel 2.

Nilai ketidakpastian yang rendah ini merupakan salah satu bukti kecilnya kesalahan pengujian, sehingga nilai *impurities* yang tidak sesuai persyaratan merupakan hasil sesungguhnya dari sampel, bukan dari kesalahan pengujian.

TABEL VI. Hasil Perhitungan Ketidakpastian *Impurities* pada Sampel CPO Berdasarkan Hasil Kalibrasi Neraca Analitik

Sampel 1					
Parameter	Nilai x	$\mu(x)$	$\mu/x$	$(\mu/x)^2$	
Massa Sampel (g)	5,0092	0,00004	7,99E-06	6,38E-11	
Massa Kertas Saring + Sampel Basah (g)	1,1244	0,00004	3,56E-05	1,27E-09	
Massa Kertas Saring + Sampel Kering (g)	1,0801	0,00004	3,70E-05	1,37E-09	
Jumlah					2,70E-09
Cs					0,88437
$\mu c$					0,00005
$\mu U$					0,00009
Persentase Ketidakpastian terhadap <i>Impurities</i> (%)					0,01039
Sampel 2					
Parameter	Nilai x	$\mu(x)$	$\mu/x$	$(\mu/x)^2$	
Massa Sampel (g)	5,0210	0,00004	7,97E-06	6,35E-11	
Massa Kertas Saring + Sampel Basah (g)	1,1763	0,00004	3,40E-05	1,16E-09	
Massa Kertas Saring + Sampel Kering (g)	1,1391	0,00004	3,51E-05	1,23E-09	
Jumlah					0,00000
Cs (%)					0,74089
$\mu c$ (%)					0,00004
$\mu U$ (%)					0,00007
Persentase Ketidakpastian terhadap <i>Impurities</i> (%)					0,00991

Nilai *moisture* dan *impurities* (M&I) dihitung berdasarkan persamaan 10. Hasil M&I untuk sampel 1 yaitu  $1,2178 \pm 0,0107\%$  dan sampel 2 sebesar  $0,9122 \pm 0,01023\%$ . Hasil ini tidak sesuai dengan persyaratan yang ada di PORAM *Standard Specifications for Processed Palm Oil* yang menyatakan bahwa, nilai M&I untuk *Neutralised Palm Oil* maksimal 0,1% [2].

### 3.3. Kalibrasi Spektrofotometer UV-Visibel

Kalibrasi instrumen spektrofotometer UV-Visibel pada penelitian ini didasarkan pada *The United States Pharmacopeial Convention* (USP-40) bagian 857 terkait *Ultraviolet-Visible Spectroscopy*. Pada USP-40 <857> disebutkan bahwa kontrol absorbansi dapat dilakukan dengan menggunakan bahan acuan terstandar yaitu kalium dikromat ataupun *NIST neutral density standards* [8]. Pada penelitian ini digunakan filter *Hellma Neutral Glass Filter F2-F4*, dan *F203* yang merupakan bahan acuan tipe *NIST neutral density standards*. Hasil kalibrasi spektrofotometer UV-Visibel *Hitachi UH5300* dapat dilihat pada Tabel 7. Berdasarkan hasil kalibrasi, nilai ketidakpastian (U95) dengan nilai  $k = 2$  untuk semua filter dan panjang gelombang sebesar 0,005-0,008 yang memiliki rata-rata sebesar 0,00545. Hasil ini sesuai dengan persyaratan USP-40 <857>, dimana nilai nilai absorbansi tidak melebihi  $\pm 0,008$  [8]. Data kalibrasi ini akan digunakan untuk menghitung ketidakpastian yang muncul akibat kalibrasi alat pada analisis *Deterioration of Bleachability Index* (DOBI) untuk sampel *Crude Palm Oil* (CPO). Nilai yang digunakan dalam perhitungan ketidakpastian analisis DOBI adalah nilai ketidakpastian  $\mu$ , yaitu hasil dari nilai U95 dibagi dengan nilai  $k = 2$ , sebagai nilai cakupan perluasan berdasarkan selang kepercayaan 95%.

TABEL VII. Hasil Kalibrasi Spektrofotometer UV-Visibel

Filter	Panjang Gelombang (nm)	Nilai Standar (Abs)	Penunjukkan Alat (Abs)	Koreksi (Abs)	U95 (Abs)	Rata-rata U95 (Abs)	$\mu$ (Abs)
F2	440	0,259	0,258175	0,001	0,005	0,00545	0,00273
	465	0,236	0,233863	0,002	0,005		
	546,1	0,244	0,244148	0	0,005		
	590	0,279	0,277754	0,001	0,005		
	635	0,28	0,28144	-0,001	0,005		
	440	0,533	0,536304	-0,003	0,006		
	465	0,492	0,493169	-0,001	0,005		
F3	546,1	0,506	0,507099	-0,001	0,005	0,00545	0,00273
	590	0,562	0,564133	-0,002	0,005		
	635	0,558	0,56137	-0,003	0,005		
	440	1,074	1,07634	-0,002	0,006		
	465	0,995	0,99629	-0,001	0,005		
F4	546,1	1,006	1,00737	-0,001	0,005	0,00545	0,00273
	590	1,073	1,07537	-0,002	0,006		
	635	1,041	1,04014	0,001	0,005		
	440	2,325	2,32932	-0,004	0,008		
	465	2,079	2,07478	0,004	0,005		
F203	546,1	2,003	1,99929	0,004	0,005	0,00545	0,00273
	590	2,018	2,01937	-0,001	0,007		
	635	1,874	1,87137	0,003	0,006		

### 3.4. Pengaruh Kalibrasi Spektrofotometer UV-Visibel terhadap Analisis *Deterioration of Bleachability Index (DOBI) pada Crude Palm Oil (CPO)*

Analisis DOBI merupakan suatu prosedur analisis untuk kontrol kualitas dari *crude palm oil* (CPO) yang mengindikasikan laju oksidasi dan kemudahan pemrosesan minyaknya. Nilai DOBI yang lebih tinggi menunjukkan kondisi buah lebih segar, matang dan bebas dari kontaminan. Menurut *Palm Oil Research Institute of Malaysia* (PORIM) [3] terdapat 4 kelompok kualitas CPO berdasarkan nilai DOBI, yaitu

- Poor* dengan nilai DOBI antara 1,68 – 2,30
- Fair* dengan nilai DOBI antara 2,31 – 2,92
- Good* dengan nilai DOBI antara 2,93 – 3,24
- Excellent* dengan nilai DOBI lebih dari 3,24

Hasil analisis DOBI pada sampel CPO dapat dilihat pada Tabel 8. Kedua sampel menunjukkan kualitas CPO termasuk kategori *poor* karena memiliki nilai DOBI dengan ataupun tanpa nilai ketidakpastian berkisar antara 1,68 – 2,30. Nilai DOBI yang rendah menunjukkan adanya kontaminan pada sampel CPO sehingga perlu dilakukan pengolahan terlebih dahulu sebelum mengolah sampel CPO menjadi produk turunannya yaitu *Refined Bleached Deodorized Palm Oil* (RDBPO), *Palm Fatty Acid Distilated* (PFAD), *Refined Bleached Deodorized Palm Olein* (RBDPO), dan *Refined Bleached Deodorized Palm Stearin* (RBDPO Stearin). Hasil ini sesuai dengan nilai *impurities* CPO yang juga melebihi persyaratan, sehingga dapat dikatakan nilai DOBI yang rendah merupakan dampak dari kontaminan yang ada.

Nilai ketidakpastian untuk analisis DOBI didasarkan pada persamaan 11, yang menunjukkan bahwa terdapat 2 faktor ketidakpastian, yaitu saat pengukuran absorbansi di panjang gelombang 268

nm dan 444 nm. Ketidakpastian pengukuran absorbansi didapat dari nilai  $\mu$  pada Tabel 7. Hasil ketidakpastian untuk sampel CPO dapat dilihat pada Tabel 9. Berdasarkan hasil kalibrasi spektrofotometer UV-Visibel, persentase nilai ketidakpastian analisis DOBI pada sampel CPO sebesar 2,3% untuk kedua sampel. Salah satu metode evaluasi hasil ketidakpastian di EURACHEM/CITAC Guide CG 4 adalah *Monte Carlo Simulation* (MCS). Metode MCS membagi evaluasi ketidakpastian ke dalam tiga bagian berdasarkan jumlah pengulangan terhadap persentase ketidakpastian dengan selang kepercayaan 95%. Penjelasan terkait tiga kategori tersebut adalah sebagai berikut: [9]

- Pengulangan kurang dari 100 kali, nilai ketidakpastian baik jika  $\pm 10\%$  dari nilai yang dilaporkan,
- Pengulangan kurang dari 1000 kali, nilai ketidakpastian baik jika  $\pm 5\%$  dari nilai yang dilaporkan, dan
- Pengulangan kurang dari 10000 kali, nilai ketidakpastian baik jika  $\pm 1,5\%$  dari nilai yang dilaporkan.

Oleh karena itu dapat dikatakan hasil evaluasi ketidakpastian menunjukkan pengujian DOBI pada sampel CPO adalah baik karena memiliki nilai persentase ketidakpastian kurang dari 10%.

TABEL VIII. Hasil Analisis DOBI pada Sampel CPO

Absorbansi 268 nm	Absorbansi 444 nm	DOBI			
		Tanpa Ketidakpastian	Dengan Ketidakpastian		
			Nilai ketidakpastian	Minimal	Maksimal
0,2631	0,5155	1,9593	0,0456	1,9138	2,0049
0,2627	0,5154	1,9619	0,0457	1,9162	2,0076

TABEL IX. Hasil Perhitungan Ketidakpastian DOBI pada Sampel CPO Berdasarkan Hasil Kalibrasi Neraca Analitik

Sampel 1				
Parameter	Nilai x	$\mu$	$\mu/x$	$(\mu/x)^2$
Absorbansi 268 nm	0,26310	0,00273	0,01036	0,00011
Absorbansi 444 nm	0,51550	0,00273	0,00529	0,00003
Jumlah				0,00014
Cs				1,95933
$\mu c$				0,02278
$\mu U$				0,04557
Persentase Ketidakpastian terhadap DOBI (%)				2,32565
Sampel 2				
Parameter	Nilai x	$\mu$	$\mu/x$	$(\mu/x)^2$
Absorbansi 268 nm	0,26270	0,00273	0,01037	0,00011
Absorbansi 444 nm	0,51540	0,00273	0,00529	0,00003
Jumlah				0,00014
Cs				1,96193
$\mu c$				0,02284
$\mu U$				0,04568
Persentase Ketidakpastian terhadap DOBI (%)				2,32855

#### 4. KESIMPULAN

Kondisi neraca analitik dapat mempengaruhi hasil analisis. Neraca analitik yang memiliki

hasil kalibrasi sesuai dengan persyaratan akan memberikan pengaruh ketidakpastian yang kecil pada hasil pengujian M&I untuk sampel CPO. Kalibrasi neraca analitik pada penelitian ini menunjukkan bahwa instrumen masih dalam kondisi baik yang dapat dilihat dari nilai presisi dan akurasi kurang dari 0,1% dan linearitas memiliki nilai  $r$  sama dengan 1. Oleh karena itu, nilai estimasi ketidakpastian berdasarkan kalibrasi neraca untuk *moisture* sebesar 0,00032% dan *impurities* sebesar 0,01%. Hal yang sama juga ditunjukkan pada analisis DOBI untuk sampel CPO, kondisi instrumen Spektrofotometer UV-Visibel yang baik berdasarkan hasil kalibrasi memberikan sumbangan nilai ketidakpastian yang kecil yaitu sebesar 2,3% dari nilai DOBI terukur. Hasil ini sesuai dengan persyaratan bahwa nilai ketidakpastian yang baik memiliki nilai kurang dari sama dengan  $\pm 10\%$ .

### Ucapan Terima Kasih

Penulis menyampaikan ucapan terimakasih kepada Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia yang telah mendukung penelitian ini dalam proses kalibrasi instrumen. Ucapan terimakasih juga disampaikan kepada Jurusan Kimia Universitas Islam Indonesia yang telah memfasilitasi penelitian ini untuk dapat diimplementasikan dalam pengabdian masyarakat terkait penguatan kompetensi analisis kimia.

### Daftar Pustaka

- [1] Badan Standardisasi Nasional, "SNI: Minyak Kelapa Sawit Mentah (Crude Palm Oil)", BSN, Jakarta, 2006.
- [2] Palm Oil Refiners Association of Malaysia PORAM, "Standard Specifications for Processed Palm Oil", Malaysia, 2000.
- [3] H. A. Hasibuan, "Deterioration of Bleachability Index Pada Crude Palm Oil: Bahan Review Dan Usulan Untuk SNI 01-2901-2006," *Jurnal Standardisasi*, vol. 18, no. 1, pp. 25–34, 2018.
- [4] P. T. Gee, "Analytical characteristics of crude and refined palm oil and fractions," *European Journal of Lipid Science and Technology*, vol. 109, no. 4, pp. 373–379, 2007.
- [5] American Oil Chemists' Society, "AOCS Official Method Ca-3a-46-Insoluble-impurities", AOCS, Illinois, 2011.
- [6] Komite Akreditasi Nasional, "DP.01.17 SR-03 Persyaratan Tambahan Pengujian Laboratorium Biologi dan Kimia", KAN, Jakarta, 2004.
- [7] The United States Pharmacopeial Convention, "Balances", USP, Maryland, 2014.
- [8] The United States Pharmacopeia, Ultraviolet-Visible Spectroscopy, USP, Maryland, 2020.
- [9] SLR Ellison and A Williams, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurements Third Edition*. EURACHEM, United Kingdom, 2012.
- [10] Organization International of Legal Metrology, "International Recommendation OIML R 111-1, OIML, Paris, 2004.
- [11] Food and Agriculture Organization of The United Nations, "Codex Alimentarius Commission, CODEX Standard For Named Vegetable Oils CODEX-STAN 210", FAO, Rome, 2021.
- [12] E. Hishamuddin, N. Sulaiman, F. K. Ahmad Bustamam, and Y. C. Beng, "Recent Updates on the Codex Standard for Named Vegetable Oils (CXS 210-1999) in Relation to Palm Oil and Palm Kernel Oil," *Palm Oil Developments*, vol. 72, pp. 34–41, 2020.
- [13] American Oil Chemists' Society, "Moisture and volatile matter, air oven method, Ca2c-25," *AOCS Official Method Ca 2c-25 Sampling and analysis of commercial fats and oils*, AOCS, Illinois, 1997.