

## Verifikasi Metode Uji Kadar Air Terhadap Pakan Buatan

*Verification Method of Water Content Analysis in An Artificial Feed*

Asmariani\*<sup>1)</sup>, Sri Fatmah Sari <sup>2</sup>

<sup>1)</sup>Jalan HEA. Mokodompit Laboratorium Pengujian, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Halu Oleo Kendari 93232

<sup>2)</sup>Program Studi Teknologi Hasil Perikanan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Muhammadiyah Kendari

<sup>\*)</sup>Penulis untuk korespondensi: asma.riani\_fish06@yahoo.com

### ABSTRACT

The verification test method of water content in this study including precision and accuracy parameters. Precision can be seen based on repetition (repeatability) and ignorance (reproducibility). While the accuracy has done by looking at the percent recovery (PK, % recovery). In this study, the verification method analysis of the water analyzes method content in an artificial feed is carried out gravimetrically based on the SNI method. The result of this study obtained that the analysis of water quality has qualified ripitabilty, reproducibility, and accuracy because RSD analysis obtained the smaller value than 2/3 of RSD Horwitz.

Keyword: Water content, artificial food, verification

### ABSTRAK

Verifikasi metode uji kadar air pada penelitian ini meliputi parameter presisi dan akurasi. Presisi dapat dilihat berdasarkan keterulangan (*ripitabilitas*) dan ketertiruanannya (*reproduksibilitas*) akurasi dilakukan dengan melihat Persen Kembali (PK, % *recovery*). Pada penelitian ini, verifikasi metode analisis kadar air pada pakan buatan dilakukan secara gravimetri berdasarkan metode SNI. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa analisis kadar air yang digunakan telah memenuhi syarat ripitabilitas, reproduksibilitas, dan akurasi karena RSD analisis metode yang diperoleh lebih kecil daripada 2/3 RSD Horwitz.

Kata kunci : Kadar air, Pakan buatan, verifikasi

### PENDAHULUAN

Pakan buatan diformulasi khusus untuk mencapai target kandungan gizi yang dikehendaki untuk diberikan kepada organisme. Bahan pakan terdiri dari bahan organik dan anorganik. Bahan organik yang terkandung dalam bahan pakan ialah protein, lemak, serat kasar, kadar air, bahan ekstrak tanpa nitrogen, sedang bahan anorganik seperti kalsium, fosfor, magnesium, kalium, natrium (Setyono, 2012). Kandungan bahan organik ini dapat diketahui dengan melakukan analisis proksimat, analisis terhadap vitamin dan mineral untuk masing-masing komponen

vitamin dan mineral yang terkandung pada bahan uji yang dilakukan di laboratorium dengan teknik dan alat yang spesifik (Darsudi, *et al.*, 2008).

Salah satu analisis proksimat yang diperlukan untuk mengetahui daya simpan dari pakan ialah melalui pengujian kadar air. Kadar air dalam suatu bahan sangat mempengaruhi kualitas dari bahan pakan, apabila kadar air suatu bahan tidak memenuhi syarat maka bahan pangan tersebut akan mengalami perubahan fisik dan kimiawi yang ditandai dengan tumbuhnya mikroorganisme sehingga bahan tersebut tidak layak untuk dikonsumsi

(Belitz *et al.*, 2009). Menurut Winarno (1997) pada prinsipnya, kehilangan bobot pada pemanasan 105°C dianggap sebagai kadar air yang terdapat pada contoh. Pada penelitian ini akan dilakukan pengujian kadar air berdasarkan metode Standar Nasional Indonesia (SNI), sehingga perlu dilakukan verifikasi metode.

Verifikasi metode merupakan salah satu syarat penerapan sistem jaminan mutu ISO 17025:2005 pada laboratorium pengujian yang menunjukkan bahwa laboratorium tersebut memenuhi standar mutu kompetensi dalam melakukan proses pengujian terhadap sampel. Verifikasi metode yang tepat akan menghasilkan analisis yang tepat sehingga meningkatkan kepercayaan konsumen terhadap kinerja laboratorium (Riyanto, 2014). Menurut Huber (2001), Hasil validasi dan verifikasi metode dapat digunakan untuk menilai kualitas, tingkat kepercayaan (reliability), dan konsistensi hasil analisis. Hal tersebut merupakan bagian dari Good Laboratory Practice (GLP) (Huber, 2001).

## BAHAN DAN METODE

### Bahan dan Alat

Bahan yang diuji pada penelitian ini adalah pakan buatan yang diformulasi sendiri terdiri dari tepung ikan rucah, tepung kedelai, terigu (kompas), mineral (top mix), sedangkan alat yang digunakan merupakan oven (Memmert), desikator, timbangan analitik (Ohaus), pinset, dan botol timbang (pyrex). oven (Memmert INB 400, Jerman) dan timbangan analitik (Ohaus, Pioneer TM PA214, Amerika) yang digunakan sudah melalui kalibrasi.

### Prosedur Penelitian

#### Uji Kadar Air (SNI 01.2891 – 1992)

Sampel sebanyak 5 g ditimbang pada sebuah botol timbang tertutup yang telah diketahui bobotnya ( $W$ ). Kemudian keringkan pada oven suhu 105°C selama 3 jam. Setelah itu didinginkan dalam desikator selama 30 menit. Timbang kembali botol timbang tertutup yang berisi cuplikan yang telah dikeringkan ( $W_1$ ), ulangi pekerjaan hingga diperoleh bobot tetap. Untuk memperoleh

nilai kadar airnya maka masukkan nilai  $W$  dan  $W_1$  kedalam rumus perhitungan berikut ini

$$\text{Kadar Air} = \frac{W_1}{W} \times 100\%$$

Keterangan :

$W$  : Bobot cuplikan sebelum dikeringkan (g)

$W_1$  : Kehilangan bobot setelah dikeringkan (g)

### Uji Verifikasi Metode

#### A. Presisi

##### *Ripitabilitas*

Uji ripitabilitas pada analisis kadar air pada pakan buatan ditentukan dengan melakukan pengujian ulangan dan waktu interval analisis pada laboratorium yang sama. Nilai uji ripitabilitas dinyatakan dalam nilai persen standar deviasi relatif (RSD) dan RSD Horwitz. Syarat keterimaan uji ripitabilitas yaitu apabila nilai RSD analisis lebih kecil dari pada nilai 2/3 kali RSD Horwitz (Pomeranz dan Meloan, 1994; Garfiel and Hirsch, 2000).

##### *Reprodusibilitas*

Uji reprodusibilitas pada analisa kadar air pada pakan buatan ditentukan dengan mengukur nilai masing masing kadar air dengan delapan kali ulangan dari masing masing percobaan. Uji ini ditentukan dengan menghitung nilai RSD dari rata rata ulangan dari masing-masing percobaan dan membandingkannya dengan nilai RSD Horwitz. Syarat keterimaan uji reprodusibilitas yaitu apabila nilai RSD analisis lebih kecil dari pada nilai 2/3 kali RSD Horwitz. (Hubber, 2001).

#### B. Akurasi (% Recovery)

Uji Akurasi untuk percobaan analisa kadar air dilakukan dengan melihat Persen Kembali (PK, % recovery) berdasarkan persentase kadar air dari formulasi pakan yang digunakan saat membuat pakan. Hal ini dilakukan karena tidak dimilikinya bahan acuan tersertifikasi (*Certified Reference Material/CRM*). Nilai PK bergantung pada matriks sampel. Batas penerimaan PK untuk konsentrasi analit 10% adalah 95-102%. (Huber, 2001)

### Analisis Data

Analisis statistik sederhana berupa perhitungan rata-rata, standar deviasi, *relative standard deviation* (RSD), dan RSD Horwitz dilakukan dengan menggunakan program Microsoft Excel 2013. Selain itu, digunakan analisis ragam (ANOVA) pada tahap uji banding untuk menentukan akurasi metode pada taraf nyata 5% (James, 1999).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Metode standar yang telah divalidasi oleh lembaga nasional maupun internasional yang akan digunakan oleh suatu laboratorium harus melalui validasi metode. Berbagai macam validasi, salah satunya yaitu dengan verifikasi (Hadi 2007).

### Verifikasi

#### Presisi

Presisi merupakan ukuran kedekatan antar serangkaian hasil analisis yang diperoleh dari beberapa kali pengukuran pada sampel homogen yang sama. Presisi diukur dengan

simpangan baku. Menurut EURACHEM Guide (1998), Presisi dapat dilihat berdasarkan keterulangan (*ripitabilitas*) dan ketertiruannya (*reproduksibilitas*). Keterulangan merupakan presisi pada kondisi percobaan yang sama (berulang) baik orangnya, peralatannya, tempatnya, dan dilakukan dalam interval waktu yang pendek. Keterulangan sering dirujuk sebagai pengukur. Ketertiruan menggambarkan presisi yang dilakukan pada percobaan yang berbeda, baik orangnya, peralatannya, tempatnya, maupun waktunya.

#### Ripitabilitas

Uji ripitabilitas pada analisis kadar air pakan buatan ditentukan dengan cara mengukur nilai masing-masing kadar air sebanyak delapan kali ulangan dari masing-masing percobaan. Nilai uji ripitabilitas dinyatakan dalam nilai persen standar deviasi relatif (RSD) dan RSD Horwitz. Syarat keterimaan uji ripitabilitas yaitu apabila nilai RSD analisis lebih kecil daripada nilai 2/3 kali RSD Horwitz. Hasil uji ripitabilitas analisis kadar air dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Uji Ripitabilitas Kadar Air Metode Oven Percobaan I-VIII

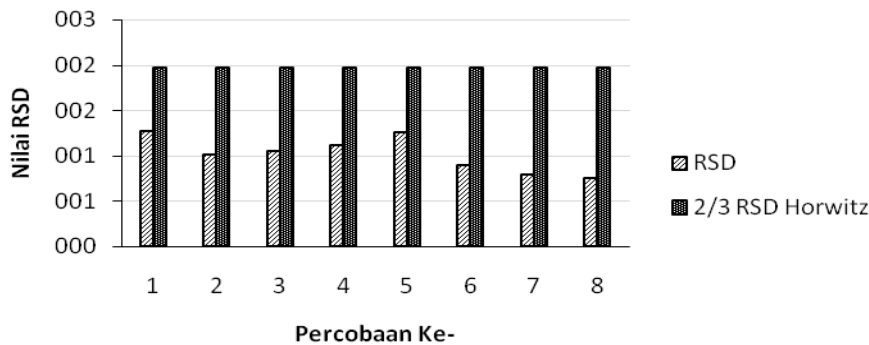
Ulangan	% Kadar Air Percobaan ke-							
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
1	7,61	7,44	7,51	7,50	7,40	7,42	7,47	7,36
2	7,69	7,56	7,48	7,48	7,40	7,46	7,43	7,44
3	7,40	7,47	7,38	7,50	7,44	7,54	7,54	7,53
4	7,56	7,32	7,57	7,52	7,36	7,45	7,40	7,42
5	7,41	7,40	7,46	7,68	7,57	7,56	7,52	7,48
6	7,54	7,39	7,32	7,48	7,55	7,56	7,39	7,46
7	7,55	7,36	7,51	7,42	7,58	7,46	7,49	7,49
8	7,55	7,48	7,47	7,40	7,58	7,38	7,39	7,38
Rata-rata	7,54	7,43	7,46	7,50	7,49	7,48	7,45	7,45
SD	0,10	0,08	0,08	0,08	0,09	0,07	0,06	0,06
RSD	1,27	1,01	1,05	1,11	1,25	0,90	0,80	0,75
RSD <sub>Horwitz</sub>	2,95	2,96	2,96	2,95	2,95	2,95	2,96	2,96
2/3 RSD <sub>Horwitz</sub>	1,97	1,97	1,97	1,97	1,97	1,97	1,97	1,97

Berdasarkan hasil analisa kadar air, dapat diketahui bahwa nilai RSD metode analisis pada percobaan I (1,27) lebih kecil daripada 2/3 RSD Horwitz (1,97), begitu pula pada

percobaan II hingga percobaan VIII. Hasil tersebut menunjukkan bahwa analisis kadar air metode oven yang digunakan telah memenuhi syarat ripitabilitas karena RSD analisis metode lebih kecil daripada 2/3 RSD Horwitz. Hal ini

mengindikasikan bahwa analisis kadar air dengan metode gravimetri yang dilakukan oleh analis di laboratorium dalam interval waktu

tertentu memiliki derajat kesesuaian antara hasil uji individual yang baik.



Gambar 1. Nilai RSD dan 2/3 RSD Horwitz Analisa Kadar Air

**Reprodusibilitas**

Uji reprodusibilitas kadar air dilakukan oleh analis dengan waktu interval tertentu pada laboratorium yang sama. Uji ini ditentukan dengan menghitung nilai RSD rata-rata ulangan dari masing-masing percobaan pada

percobaan I hingga VIII dan membandingkannya dengan nilai RSD Horwitz. Syarat keterimaan uji reprodusibilitas yaitu apabila nilai RSD analisis lebih kecil daripada nilai 2/3 kali RSD Horwitz.

Tabel 2. Rata-Rata Kadar Air dari Tiap Unit Percobaan

Percobaan ke-	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	Rata-rata	SD	RSD	RSD Horwitz	2/3 RSD Horwitz
Rata-Rata Kadar air (%)	7,54	7,43	7,46	7,50	7,49	7,48	7,45	7,45	7,47	0,03	0,46	2,96	1,97

Hasil analisa kadar air metode oven didapatkan nilai RSD 0,46 sedangkan nilai 2/3 RSD Horwitz yaitu 1,97. Uji reprodusibilitas yang dilakukan berdasarkan hasil percobaan I hingga VIII analisa kadar air dengan rentang waktu tertentu telah memenuhi syarat uji reprodusibilitas yang dibuktikan dengan nilai RSD analisis yang didapat lebih kecil daripada nilai 2/3 RSD Horwitz. Hal ini menunjukkan bahwa analisis kadar air dengan metode gravimetri memiliki derajat kesesuaian antara hasil uji individual yang baik yang dilakukan oleh analis dan laboratorium yang sama dengan waktu interval tertentu.

**Akurasi (% Recovery)**

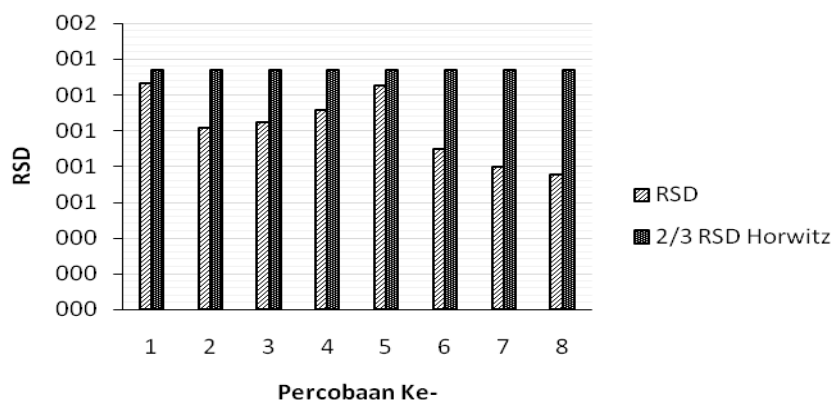
Uji Akurasi untuk percobaan analisa kadar air dilakukan dengan melihat Persen Kembali (PK, % recovery) berdasarkan persentase kadar air dari formulasi pakan yang digunakan saat membuat pakan. Hal ini dilakukan karena tidak dimilikinya bahan acuan tersertifikasi (Certified Reference Material / CRM). Nilai PK bergantung pada matriks sampel. Batas penerimaan PK menurut Huber (2001) untuk konsentrasi analit 10% adalah 98-102%. Kisaran konsentrasi analit yang digunakan adalah 10% didasarkan pada persentase kadar air yang diformulasikan dalam pakan yaitu 7,61%.

Tabel 3. Persen Kembali (% recovery) Analisa Kadar Air Metode Oven Percobaan I-VIII

Ulangan	PK Percobaan ke-							
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
1	99	97	98	97	96	96	97	96
2	100	98	97	97	96	97	96	97
3	96	97	96	97	97	98	98	98
4	98	95	98	98	96	97	96	96
5	96	96	97	100	98	98	98	97
6	98	96	95	97	98	98	96	97
7	98	96	97	96	98	97	97	97
8	98	97	97	96	98	96	96	96
Rata-rata	97,90	96,46	96,92	97,40	97,21	97,15	96,81	96,72
SD	1,24	0,98	1,01	1,09	1,22	0,87	0,77	0,73
RSD	1,27	1,01	1,05	1,11	1,25	0,90	0,80	0,75
RSD <sub>Horwitz</sub>	2,01	2,01	2,01	2,01	2,01	2,01	2,01	2,01
2/3 RSD <sub>Horwitz</sub>	1,34	1,34	1,34	1,34	1,34	1,34	1,34	1,34

Dari hasil yang diperoleh, nilai PK untuk setiap percobaan dapat diterima yang dibuktikan dari nilai PK yang berkisar antara 98-102. Persen perolehan kembali ini menyatakan bahwa analisis kadar air dengan metode gravimetri yang dilakukan oleh analis

memiliki derajat kedekatan hasil analisis yang baik dengan kadar yang sebenarnya, sehingga memenuhi persyaratan uji akurasi. Begitu pula dengan nilai RSD yang diperoleh dari PK, lebih kecil dari 2/3 RSD Horwitz (Gambar 2).

Gambar 2. Nilai RSD dan 2/3 RSD<sub>Horwitz</sub> dari Persen Kembali Analisa Kadar Air

### Hasil Uji Statistik (ANOVA)

Analisis statistik ditujukan untuk mengetahui apakah ada perbedaan signifikan dari hasil yang diperoleh pada tiap percobaan dari percobaan I hingga VIII. Berdasarkan hasil uji ANOVA diperoleh bahwa tidak ada perbedaan signifikan hasil analisa % kadar air metode oven yang diperoleh dari percobaan I hingga percobaan VIII. Hal ini terlihat dari

nilai  $P$  yang lebih besar dari  $\alpha(0,05)$  ( $P > 0,05$ ) (Tabel 24). Hal ini berarti bahwa hasil uji kadar air menggunakan metode gravimetri yang dilakukan oleh analis tidak memiliki perbedaan yang signifikan antar percobaan yang dilakukan pada waktu yang berbeda. Ini menandakan bahwa analis dalam menganalisa kadar air dengan metode SNI mendapatkan hasil yang konsisten pada pengujian beberapa waktu yang berbeda dengan peralatan dan tempat yang

sama. Hasil yang memiliki perbedaan yang tidak signifikan antar percobaan berarti metode SNI untuk analisa kadar air.

Tabel 4. Uji ANOVA Terhadap Analisa Kadar Air Metode Oven Percobaan I-VIII

<i>Source of Variation</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-value</i>	<i>F crit</i>
Between Groups	0,0665	7	0,0095	1,59	0,16	2,18
Within Groups	0,3350	56	0,0060			
Total	0,4016	63				

## KESIMPULAN

Analisis kadar air metode oven yang digunakan telah memenuhi syarat ripitabilitas dan reproduibilitas karena RSD analisis metode yang diperoleh lebih kecil daripada 2/3 RSD Horwitz. Begitupun dengan hasil uji akurasi dimana nilai PK untuk setiap percobaan dapat diterima yang dibuktikan dari nilai PK yang berkisar antara 98-102, sehingga memenuhi persyaratan uji akurasi. Sementara itu, hasil uji ANOVA diperoleh bahwa tidak ada perbedaan signifikan hasil analisa % kadar air metode oven yang diperoleh dari percobaan I hingga percobaan VIII.

## DAFTAR PUSTAKA

- Belitz HD, Grosch W, Schieberl P. 2009. Springer Food chemistry 4th revised and extended edition. *Annual Review Biochemistry*, 79:655-681.
- [BSN] Badan Standarisasi Nasional. 2006. SNI-01-2891-1992. *Cara Uji Makanan dan Minuman*. Jakarta: Dewan Standarisasi Nasional.
- Darsudi, Ni Putu AA, Ni Putu AK. 2008. Analisis Kandungan Proksimat Bahan Baku dan Pakan Buatan. Scyllapmamosain.
- EURACHEM Guide. 1998. *The Fitness for Purpose of Analytical Methods: a Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics*. United Kingdom.
- Garfield FG dan Hirsch EKJ. 2000. *Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories*. USA: AOAC International.
- Hadi A. 2007. *Pemahaman dan Penerapan ISO/IEC 17025:2005*. Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama.
- Huber L. 2001. *Validation of analytical methods*. <http://www.labcompliance.com>. [6 Maret 2008].
- James CS. 1999. *Analytical Chemistry of Foods*. Maryland: Aspen Publishers, Inc
- Pomeranz Y dan Meloan CE. 1994. *Food Analysis Theory and Practice 3<sup>rd</sup> Edition*. New York: Chapman and Hall
- Riyanto. 2014. *Validasi Metode Pengujian*. Yogyakarta : FMIPA UII.
- Setyono B. 2012. *Pembuatan Pakan Buatan*, Malang: Unit Pengelola Air Tawar.
- Winarno. 1997. *Kimia Pangan dan Gizi*, PT. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.