

LAPORAN PENELITIAN

Judul Penelitian :

**Evaluasi Ketidakpastian Pengukuran (Uncertainty of Measurement)
pada Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Produk Pangan
Kemasan**



UMSURA
Universitas Muhammadiyah Surabaya

**Fakultas Ilmu
Kesehatan**

Oleh:

Nastiti Kartikorini, S.T., M.Kes

Diah Ariana, ST., M.Kes.

Baterun Kunsah, S.T., M.Si.

Siti Mardiyah, S.Si., M.Kes.

Rinza Rahmawati Samsudin S. Pd M.Si

**FAKULTAS ILMU KESEHATAN UNIVERSITAS
MUHAMMADIYAH SURABAYA
Jl. Sutorejo No. 59 Surabaya 60113**

Telp. 031-3811966

<http://www.um-surabaya.ac.id>

Tahun 2025

DAFTAR ISI

DAFTAR ISI	2
ABSTRAK	4
BAB I PENDAHULUAN	5
1.1 Latar Belakang.....	5
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Manfaat Penelitian.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Timbal (Pb) pada Pangan	8
2.2 Produk Pangan Kemasan dan Potensi Cemarkan Pb.....	8
2.3 Analisis Pb dengan Spektrofotometri Serapan Atom.....	8
2.4 Ketidakpastian Pengukuran	9
2.5 Sumber-Sumber Ketidakpastian	9
2.6 Evaluasi dan Pelaporan Ketidakpastian.....	9
2.7 Kerangka Konseptual	10
3.1 Tujuan Penelitian.....	11
3.2 Manfaat Penelitian.....	11
BAB IV METODE PENELITIAN.....	12
4.1 Desain Penelitian	12
4.2 Tempat dan Waktu Penelitian.....	12
4.3 Populasi dan Sampel.....	12
4.4 Variabel Penelitian	13
4.5 Definisi Operasional	13
4.6 Alat dan Bahan	13
4.7 Prosedur Penelitian	13

4.8 Perhitungan Ketidakpastian.....	14
4.9 Teknik Analisis Data	15
4.10 Etika Penelitian.....	15
BAB V HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....	16
5.1 Sumber Data	16
5.2 Hasil Kadar Pb.....	16
5.3 Estimasi Ketidakpastian	17
5.4 Interpretasi terhadap Persyaratan.....	17
5.5 Pembahasan	18
6.1 Rencana Tahapan Berikutnya.....	20
6.2 Bentuk Tindak Lanjut.....	20
BAB VII KESIMPULAN DAN SARAN	21
7.1 Kesimpulan.....	21
7.2 Saran	21
DAFTAR PUSTAKA.....	22
LAMPIRAN	23

ABSTRAK

Timbal (Pb) merupakan salah satu cemaran logam berat yang perlu dikendalikan pada pangan karena hasil pengujian kadar Pb digunakan sebagai dasar penilaian keamanan produk. Selain kadar yang terukur, hasil analisis juga mempunyai ketidakpastian pengukuran yang berasal dari berbagai tahap, mulai dari preparasi sampel, penimbangan, pengenceran, kalibrasi instrumen, hingga variasi pengukuran. Penelitian ini bertujuan mengevaluasi ketidakpastian pengukuran pada analisis Pb dalam produk pangan kemasan serta melihat pengaruh ketidakpastian tersebut terhadap interpretasi hasil.

Penelitian disusun sebagai analisis kuantitatif dengan pendekatan bottom-up. Data kadar Pb sekunder diambil dari publikasi Kunsah et al. (2021) mengenai cemaran Pb pada makanan dan minuman kemasan kaleng yang dianalisis menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom. Sepuluh nilai kadar Pb yang dilaporkan, yaitu 0,010–0,027 mg/kg, digunakan sebagai data hasil. Estimasi ketidakpastian dilakukan dengan menyusun komponen ketidakpastian dari kalibrasi, repeatability, preparasi/digesti, volumetri, larutan standar, neraca, dan recovery/bias. Perhitungan ini merupakan rekonstruksi analitik dan bukan angka ketidakpastian yang dilaporkan oleh publikasi sumber.

Hasil analisis data menunjukkan rerata kadar Pb sebesar 0.0196 mg/kg dengan simpangan baku 0.0062 mg/kg. Dari model ketidakpastian yang digunakan, ketidakpastian baku gabungan sebesar 8.09% dan ketidakpastian diperluas pada $k=2$ sebesar 16.19%. Dengan demikian, hasil rerata dapat dinyatakan sebagai 0.0196 ± 0.0032 mg/kg. Nilai ketidakpastian relatif berada di bawah 20%, sehingga secara umum masih berada pada kisaran yang dilaporkan dapat dicapai dalam evaluasi ketidakpastian analisis unsur renik pada pangan.

Kesimpulan penelitian menunjukkan bahwa pelaporan kadar Pb sebaiknya disertai informasi ketidakpastian pengukuran, terutama ketika hasil berada dekat dengan batas persyaratan. Sumber ketidakpastian terbesar dalam model adalah repeatability dan preparasi/digesti. Evaluasi ketidakpastian yang lebih kuat tetap memerlukan data primer laboratorium berupa uji presisi, recovery, data kalibrasi, sertifikat bahan acuan, serta data ketertelusuran alat.

Kata kunci: timbal; Pb; pangan kemasan; spektrofotometri serapan atom; ketidakpastian pengukuran; measurement uncertainty.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Timbal (Pb) merupakan logam berat yang dapat ditemukan sebagai cemaran pada berbagai bahan pangan. Keberadaannya perlu mendapat perhatian karena pangan merupakan salah satu jalur paparan yang dapat membawa Pb masuk ke dalam tubuh. Pada produk pangan yang telah melalui proses pengolahan dan pengemasan, pengendalian cemaran tidak hanya berkaitan dengan bahan baku, tetapi juga dengan proses produksi, lingkungan, peralatan, serta bahan yang bersentuhan dengan pangan.

Produk pangan kemasan kaleng menjadi salah satu kelompok yang menarik untuk dikaji karena komponen kemasan dan proses produksi dapat menjadi salah satu sumber perhatian dalam pengawasan cemaran logam. Penelitian Kunsah et al. (2021) menganalisis Pb, Cd, dan Zn pada makanan dan minuman kemasan kaleng berupa sarden, kornet, susu kaleng, sari buah, dan minuman berkarbonasi menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom. Dalam penelitian tersebut, kadar Pb yang dilaporkan berada pada kisaran 0,010–0,027 mg/kg dan seluruh sampel dinyatakan tidak melebihi batas yang digunakan dalam penelitian.

Walaupun kadar Pb dapat dilaporkan dalam satuan mg/kg, angka hasil pemeriksaan bukan merupakan angka yang bebas dari ketidakpastian. Setiap pengukuran dipengaruhi oleh variasi dari preparasi sampel, penimbangan, pengenceran, larutan standar, kalibrasi instrumen, repeatability, dan faktor lain. Karena itu, hasil analisis yang terlihat sama belum tentu memiliki tingkat keandalan yang sama apabila ketidakpastian pengukurannya berbeda.

Konsep ketidakpastian pengukuran menjadi penting pada laboratorium pengujian karena memberikan gambaran mengenai rentang nilai yang secara wajar dapat dikaitkan dengan hasil pengukuran. Coelho et al. (2013) membandingkan pendekatan bottom-up dan top-down untuk estimasi ketidakpastian pada analisis unsur anorganik renik dalam pangan. Penelitian tersebut menunjukkan bahwa kedua pendekatan dapat menghasilkan nilai ketidakpastian relatif yang sebanding pada kondisi tertentu, dan evaluasi uncertainty merupakan bagian penting dalam menilai variabilitas data analitik.

Pada analisis Pb menggunakan AAS, sumber ketidakpastian dapat berasal dari tahap preparasi maupun instrumen. Yang (2007) mengembangkan metode AAS untuk Pb, Cd, Cu, Fe, Mn, dan Zn pada pangan dengan digesti berbantuan microwave dan melakukan evaluasi ketidakpastian berdasarkan persyaratan ISO. Hasil tersebut menunjukkan bahwa evaluasi uncertainty perlu mencakup seluruh tahapan prosedur, bukan hanya pembacaan instrumen.

Penelitian validasi lain menunjukkan bahwa analisis Pb pada matriks biologis atau pakan dapat mencapai presisi dan recovery yang baik jika prosedur preparasi dan pengukuran dikendalikan. Ullah et al. (2017), misalnya, melaporkan recovery Pb sekitar 90–104% dan RSD presisi 4,90–9,60% pada metode GF-AAS. Data validasi semacam ini dapat menjadi dasar untuk memahami besarnya komponen ketidakpastian yang mungkin muncul pada pengujian unsur renik.

Di Indonesia, persyaratan cemaran logam berat dalam pangan olahan saat ini mengacu pada Peraturan BPOM Nomor 9 Tahun 2022. Batas Pb berbeda menurut jenis pangan; misalnya untuk makanan ringan siap santap tercantum 0,25 mg/kg, sedangkan produk olahan susu memiliki batas 0,02 mg/kg. Perbedaan batas tersebut menunjukkan bahwa interpretasi hasil tidak cukup hanya dengan melihat angka kadar Pb, tetapi harus dikaitkan dengan kategori pangan yang tepat.

Berdasarkan kondisi tersebut, evaluasi ketidakpastian pengukuran pada analisis Pb dalam produk pangan kemasan perlu dilakukan. Penelitian ini menggunakan data sekunder dari publikasi yang relevan sebagai contoh data hasil dan menyusun kembali estimasi uncertainty secara bottom-up. Dengan cara ini, laporan dapat menunjukkan bagaimana hasil kadar Pb dibaca bersama ketidakpastian dan bagaimana sumber ketidakpastian perlu dikendalikan di laboratorium.

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapa kadar Pb pada data produk pangan kemasan yang dianalisis menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom?
2. Komponen apa saja yang memberikan kontribusi terhadap ketidakpastian pengukuran Pb?
3. Berapa ketidakpastian baku gabungan dan ketidakpastian diperluas pada model perhitungan yang digunakan?
4. Bagaimana hasil kadar Pb beserta ketidakpastiannya dibandingkan dengan persyaratan cemaran logam berat pada pangan olahan?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan umum penelitian ini adalah mengevaluasi ketidakpastian pengukuran pada analisis kadar logam Pb dalam produk pangan kemasan.

1. Menggambarkan kadar Pb pada data produk pangan kemasan yang digunakan.
2. Mengidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian pada analisis Pb.

3. Menghitung ketidakpastian baku masing-masing komponen dan ketidakpastian baku gabungan.
4. Menghitung ketidakpastian diperluas menggunakan faktor cakupan $k=2$.
5. Menilai pengaruh ketidakpastian terhadap interpretasi hasil terhadap batas persyaratan pangan.

1.4 Manfaat Penelitian

1. Bagi laboratorium: menjadi contoh penyusunan uncertainty budget pada pemeriksaan logam berat.
2. Bagi tenaga laboratorium: membantu mengenali tahapan yang paling berpengaruh terhadap variasi hasil analisis.
3. Bagi institusi pendidikan: menjadi bahan pembelajaran mengenai metrologi, validasi metode, dan ketidakpastian pengukuran.
4. Bagi peneliti selanjutnya: menjadi dasar untuk penelitian dengan data primer, bahan acuan bersertifikat, dan perhitungan uncertainty yang lebih lengkap.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Timbal (Pb) pada Pangan

Timbal merupakan unsur yang tidak mempunyai fungsi fisiologis yang diperlukan tubuh dan dapat menjadi cemaran pada pangan. Dalam pengujian pangan, Pb biasanya dinyatakan sebagai kadar massa per massa, misalnya mg/kg. Penentuan kadar pada konsentrasi rendah memerlukan metode yang sensitif serta pengendalian mutu yang baik.

Data di Indonesia menunjukkan bahwa cemaran Pb dapat ditemukan pada berbagai kelompok pangan. Analisis risiko berbasis data nasional yang dihimpun dari berbagai publikasi menunjukkan bahwa kadar Pb berbeda menurut kelompok pangan dan sumber sampelnya (PUSAKOM, 2023).

2.2 Produk Pangan Kemasan dan Potensi Cemaran Pb

Pangan kemasan dapat berupa produk yang dikemas dalam kaleng, botol, plastik, atau kemasan multilapis. Pada produk kaleng, perhatian terhadap logam berat tidak hanya berkaitan dengan bahan pangan, tetapi juga proses pengolahan dan kontak dengan material kemasan. Kunsah et al. (2021) menunjukkan bahwa Pb dapat diukur pada beberapa makanan dan minuman kemasan kaleng menggunakan AAS, dengan nilai yang relatif rendah dan masih di bawah batas yang digunakan dalam penelitian.

2.3 Analisis Pb dengan Spektrofotometri Serapan Atom

Spektrofotometri Serapan Atom (SSA/AAS) bekerja berdasarkan penyerapan radiasi oleh atom bebas pada panjang gelombang tertentu. Untuk Pb, pengukuran dapat dilakukan menggunakan kondisi yang sesuai dengan jenis atomisasi dan konsentrasi analit. Pada analisis pangan, sampel umumnya perlu dihomogenkan dan didestruksi sebelum larutan hasil destruksi dianalisis.

Yang (2007) menggunakan digesti berbantuan microwave dan AAS untuk menentukan Pb, Cd, Cu, Fe, Mn, dan Zn pada pangan. Pada metode tersebut, evaluasi ketidakpastian dilakukan terhadap keseluruhan prosedur. Sementara itu, Ullah et al. (2017) menunjukkan bahwa GF-AAS dapat memberikan recovery 90–104% dengan RSD presisi 4,90–9,60% pada analisis Pb, Cd, dan Cr pada pakan ikan.

2.4 Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian pengukuran adalah parameter yang berkaitan dengan hasil pengukuran dan menggambarkan penyebaran nilai yang secara wajar dapat dikaitkan dengan measurand. Ketidakpastian bukan sekadar kesalahan, melainkan bagian dari karakteristik hasil pengukuran. Pada laboratorium pengujian, estimasi uncertainty membantu menilai kualitas hasil dan memperjelas interpretasi angka yang dilaporkan.

Pendekatan bottom-up menyusun model pengukuran dan menggabungkan komponen ketidakpastian yang berasal dari berbagai sumber. Coelho et al. (2013) menggunakan pendekatan bottom-up dan top-down pada analisis unsur anorganik dalam pangan dan menunjukkan bahwa kedua pendekatan dapat digunakan untuk mengevaluasi ketidakpastian.

2.5 Sumber-Sumber Ketidakpastian

Sumber	Contoh	Dampak
Kalibrasi	Slope/intercept dan residual kurva kalibrasi	Mempengaruhi konsentrasi hasil
Repeatability	Variasi pembacaan berulang	Mempengaruhi presisi
Preparasi/digesti	Homogenisasi, destruksi, transfer	Mempengaruhi recovery
Volumetri	Labu ukur, pipet, pengenceran	Mempengaruhi faktor pengenceran
Larutan standar	Konsentrasi bahan baku dan penimbangan	Mempengaruhi traceability
Neraca	Resolusi dan kalibrasi neraca	Mempengaruhi massa sampel
Recovery/bias	Efisiensi metode dan ketertelusuran	Mempengaruhi trueness

2.6 Evaluasi dan Pelaporan Ketidakpastian

Ketidakpastian baku gabungan dapat dihitung dengan menggabungkan ketidakpastian baku komponen menggunakan akar jumlah kuadrat untuk komponen yang dianggap independen. Ketidakpastian diperluas diperoleh dengan mengalikan ketidakpastian baku gabungan dengan faktor cakupan. Dalam laporan ini digunakan $k=2$ sebagai pendekatan umum untuk tingkat cakupan sekitar 95% ketika kondisi distribusi mendukung.

Coelho et al. (2013) melaporkan bahwa nilai ketidakpastian relatif dari pendekatan bottom-up dan top-down dapat sebanding ketika ketidakpastian relatif berada di bawah 20%.

Temuan tersebut digunakan sebagai konteks pembandingan, bukan sebagai batas kelulusan universal untuk semua metode.

2.7 Kerangka Konseptual

Produk pangan kemasan → homogenisasi → penimbangan → digesti/destruksi → pengenceran → kurva kalibrasi AAS → hasil kadar Pb → identifikasi sumber ketidakpastian → uncertainty budget → ketidakpastian baku gabungan → ketidakpastian diperluas → interpretasi terhadap persyaratan pangan.

BAB III

TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

3.1 Tujuan Penelitian

No.	Tujuan khusus	Indikator
1	Mengidentifikasi kadar Pb pada data pangan kemasan	Kadar Pb mg/kg
2	Mengidentifikasi komponen ketidakpastian	Daftar sumber uncertainty
3	Menghitung uncertainty baku tiap komponen	u relatif (%)
4	Menghitung uncertainty gabungan	uc relatif (%)
5	Menghitung uncertainty diperluas	U relatif dan absolut
6	Menilai pengaruh uncertainty terhadap interpretasi	Perbandingan hasil dengan batas

3.2 Manfaat Penelitian

Penelitian diharapkan memberikan gambaran praktis mengenai cara menghubungkan hasil analisis Pb dengan ketidakpastian pengukuran. Hasil dapat digunakan sebagai bahan evaluasi mutu analitik, terutama ketika laboratorium harus melaporkan hasil yang akan dibandingkan dengan nilai batas atau persyaratan regulasi.

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1 Desain Penelitian

Penelitian menggunakan desain kuantitatif deskriptif dengan pendekatan evaluasi ketidakpastian pengukuran. Data kadar Pb yang digunakan merupakan data sekunder dari publikasi Kunsah et al. (2021). Analisis uncertainty disusun ulang dengan pendekatan bottom-up untuk memberikan contoh uncertainty budget yang dapat diterapkan pada pemeriksaan Pb menggunakan AAS.

4.2 Tempat dan Waktu Penelitian

Pengolahan dan analisis data dilakukan pada tahun 2026 di lingkungan Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Muhammadiyah Surabaya. Karena data kadar Pb berasal dari publikasi, tahap analisis pada penelitian ini tidak mencakup pengambilan sampel baru. Untuk penelitian primer, seluruh pengukuran harus dilakukan di laboratorium yang memiliki peralatan dan prosedur AAS yang tervalidasi.

4.3 Populasi dan Sampel

Populasi sumber adalah data kadar Pb pada makanan dan minuman kemasan kaleng yang dilaporkan oleh Kunsah et al. (2021). Sampel analisis berupa sepuluh nilai kadar Pb yang dilaporkan dalam artikel tersebut. Artikel sumber menyebutkan kelompok produk sarden, kornet, susu kaleng, sari buah, dan minuman berkarbonasi serta pengambilan dari dua lokasi.

Kode Data	Kadar Pb (mg/kg)
S1	0.010
S2	0.018
S3	0.026
S4	0.012
S5	0.027
S6	0.027
S7	0.018
S8	0.015
S9	0.024
S10	0.019

4.4 Variabel Penelitian

No.	Variabel	Jenis
1	Kadar Pb	Terikat/hasil
2	Ketidakpastian baku komponen	Terikat
3	Ketidakpastian baku gabungan	Terikat
4	Ketidakpastian diperluas	Terikat
5	Batas regulasi Pb	Pembanding

4.5 Definisi Operasional

Variabel	Definisi Operasional	Cara Ukur/Hitung	Hasil Ukur
Kadar Pb	Kandungan Pb dalam produk pangan	AAS; data sekunder publikasi	mg/kg
u_i	Ketidakpastian baku dari satu sumber	Evaluasi tipe A/B	% relatif
u_c	Gabungan seluruh komponen	$\sqrt{\sum u_i^2}$	% relatif
U	Ketidakpastian diperluas	$k \times u_c$	% dan mg/kg
kadar + U	Hasil yang disertai uncertainty	$x \pm U$	mg/kg

4.6 Alat dan Bahan

Untuk pengujian primer, alat yang diperlukan meliputi Spektrofotometer Serapan Atom yang sesuai untuk Pb, neraca analitik, alat homogenisasi, hot plate atau sistem digesti microwave, labu ukur, pipet volumetrik, gelas laboratorium, dan perlengkapan keselamatan. Bahan meliputi sampel pangan kemasan, asam nitrat berkualitas analitik, air deionisasi, larutan stok Pb bersertifikat, blanko, dan bahan acuan atau spike untuk recovery.

4.7 Prosedur Penelitian

1. Menetapkan measurand, yaitu kadar Pb dalam produk pangan kemasan yang dinyatakan dalam mg/kg.
2. Mengumpulkan data hasil analisis Pb dan mencatat kondisi metode yang tersedia pada sumber data.
3. Untuk penelitian primer, sampel dihomogenkan, ditimbang, didestruksi, didinginkan, dan diencerkan sampai volume tertentu.
4. Menyiapkan larutan standar Pb dan membuat seri kalibrasi sesuai rentang kerja instrumen.

5. Melakukan pengukuran blanko, standar, sampel, dan kontrol mutu/recovery.
6. Mencatat data yang diperlukan untuk uncertainty budget, termasuk data kalibrasi, presisi, massa, volume, konsentrasi standar, dan recovery.
7. Mengubah setiap komponen menjadi ketidakpastian baku relatif sesuai distribusi dan sumber datanya.
8. Menggabungkan komponen yang dianggap independen menggunakan root-sum-of-squares.
9. Mengalikan ketidakpastian baku gabungan dengan faktor cakupan $k=2$ untuk memperoleh ketidakpastian diperluas.
10. Melaporkan hasil sebagai kadar $Pb \pm U$ dan membandingkannya dengan persyaratan yang sesuai dengan kategori pangan.

4.8 Perhitungan Ketidakpastian

Model sederhana yang digunakan dalam laporan ini dinyatakan sebagai $C = f(m, V, C_{std}, R, Cal)$, yaitu kadar Pb dipengaruhi oleh massa sampel, volume pengenceran, konsentrasi standar, recovery, dan respons kalibrasi instrumen. Setiap sumber dinyatakan sebagai ketidakpastian baku relatif. Untuk komponen independen, ketidakpastian baku gabungan dihitung dengan rumus $u_{c,rel} = \sqrt{(u_1^2 + u_2^2 + \dots + u_n^2)}$. Ketidakpastian diperluas dihitung dengan $U_{rel} = k \times u_{c,rel}$, dengan $k=2$.

Nilai komponen pada uncertainty budget berikut adalah rekonstruksi analitik untuk tujuan laporan. Angka tersebut tidak boleh dianggap sebagai angka uncertainty asli yang dilaporkan oleh Kunsah et al. (2021), karena artikel tersebut melaporkan kadar Pb tetapi tidak memberikan uncertainty budget yang dapat dipindahkan secara langsung.

Komponen	u relatif (%)	Kuadrat (%) ²	Dasar Penetapan
Kurva kalibrasi	3.00	9.00	Ketidakpastian dari penyesuaian/kalibrasi instrumen
Repeatability	5.00	25.00	Variasi pengukuran berulang
Preparasi dan digesti	4.00	16.00	Variasi penimbangan, pengabuan/digesti dan transfer
Volumetri	2.00	4.00	Ketidakpastian labu ukur, pipet dan pengenceran
Larutan standar	1.50	2.25	Konsentrasi dan penyiapan larutan baku
Neraca	0.50	0.25	Ketidakpastian penimbangan

Recovery/bias	3.00	9.00	Komponen ketertelusuran/trueness yang dimasukkan ke model
Ketidakpastian baku gabungan	8.09	—	$\sqrt{\text{jumlah kuadrat komponen}}$
Faktor cakupan	2.00	—	Pendekatan cakupan sekitar 95%
Ketidakpastian diperluas	16.19	—	$k \times uc$

4.9 Teknik Analisis Data

Data kadar Pb disajikan secara deskriptif dalam bentuk nilai individual, rerata, simpangan baku, dan koefisien variasi. Dari sepuluh nilai kadar Pb diperoleh rerata 0.0196 mg/kg, simpangan baku 0.0062 mg/kg, dan CV 31.65%. Ketidakpastian hasil dihitung dari uncertainty budget dan disajikan dalam bentuk relatif serta absolut.

4.10 Etika Penelitian

Data yang digunakan berasal dari publikasi ilmiah dan tidak memuat identitas pasien. Penggunaan data sekunder dilakukan dengan mencantumkan sumber publikasi secara jelas. Untuk penelitian primer yang melibatkan produk pangan komersial, informasi merek dan identitas sampel harus dicatat secara proporsional serta tidak digunakan untuk membuat klaim di luar tujuan pengujian.

BAB V

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

5.1 Sumber Data

Data penelitian ini bersumber dari publikasi Kunsah et al. (2021) berjudul “Analisa Cemaran Logam Berat (Pb, Cd, Zn) pada Makanan dan Minuman Kemasan Kaleng dengan Menggunakan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)”. Artikel tersebut melaporkan sepuluh nilai kadar Pb pada makanan dan minuman kemasan kaleng. Seluruh nilai berada pada kisaran 0,010–0,027 mg/kg.

Perlu ditegaskan bahwa laporan ini merupakan analisis ulang terhadap data yang telah dipublikasikan. Oleh karena itu, hasil kadar Pb pada tabel berikut merupakan data sekunder, sedangkan perhitungan ketidakpastian merupakan rekonstruksi analitik berdasarkan model uncertainty budget yang dijelaskan pada Bab IV.

5.2 Hasil Kadar Pb

No.	Kode Data	Kadar Pb (mg/kg)	Keterangan
1	S1	0.010	Data sekunder Kunsah et al. (2021)
2	S2	0.018	Data sekunder Kunsah et al. (2021)
3	S3	0.026	Data sekunder Kunsah et al. (2021)
4	S4	0.012	Data sekunder Kunsah et al. (2021)
5	S5	0.027	Data sekunder Kunsah et al. (2021)
6	S6	0.027	Data sekunder Kunsah et al. (2021)
7	S7	0.018	Data sekunder Kunsah et al. (2021)
8	S8	0.015	Data sekunder Kunsah et al. (2021)
9	S9	0.024	Data sekunder Kunsah et al. (2021)
10	S10	0.019	Data sekunder Kunsah et al. (2021)
	Rerata	0.0196	
	SD	0.0062	
	CV	31.65%	

Nilai kadar Pb terendah adalah 0,010 mg/kg dan nilai tertinggi 0,027 mg/kg. Rerata dari sepuluh nilai adalah 0.0196 mg/kg dengan simpangan baku 0.0062 mg/kg. Nilai CV 31.65% terutama menggambarkan keragaman antar sampel, sehingga tidak boleh langsung dianggap sebagai repeatability metode.

5.3 Estimasi Ketidakpastian

Komponen	u relatif (%)	Kontribusi terhadap u_c^2 (%) ²
Kurva kalibrasi	3.00	9.00
Repeatability	5.00	25.00
Preparasi dan digesti	4.00	16.00
Volumetri	2.00	4.00
Larutan standar	1.50	2.25
Neraca	0.50	0.25
Recovery/bias	3.00	9.00
Total		65.50
u_c	8.09	
U (k=2)	16.19	

Dari uncertainty budget diperoleh ketidakpastian baku gabungan sebesar 8.09% dan ketidakpastian diperluas sebesar 16.19% pada $k=2$. Jika diterapkan pada rerata 0.0196 mg/kg, ketidakpastian absolut yang diperluas adalah sekitar 0.0032 mg/kg. Dengan pembulatan yang wajar, hasil dapat ditulis sebagai 0.0196 ± 0.0032 mg/kg.

Komponen repeatability memberikan kontribusi terbesar dalam model, diikuti oleh preparasi/digesti. Hal ini menunjukkan bahwa pengendalian variasi pengukuran berulang dan tahap preparasi dapat memberikan dampak besar terhadap ketidakpastian akhir.

5.4 Interpretasi terhadap Persyaratan

Peraturan BPOM Nomor 9 Tahun 2022 menetapkan batas Pb yang berbeda berdasarkan jenis pangan olahan. Karena data sumber mencakup beberapa jenis makanan dan minuman, satu batas tidak dapat diterapkan secara umum pada seluruh sampel. Sebagai contoh, batas Pb untuk makanan ringan siap santap adalah 0,25 mg/kg, sedangkan produk olahan susu 0,02 mg/kg. Untuk produk lain, batas harus mengikuti kategori yang tepat pada lampiran peraturan.

Contoh Kategori Pangan	Batas Pb (mg/kg)	Catatan
Produk olahan susu	0,02	Dihitung terhadap produk siap konsumsi sesuai ketentuan
Produk olahan sayur	0,20	Mengikuti PerBPOM 9/2022
Produk olahan daging	0,50	Mengikuti PerBPOM 9/2022
Produk olahan ikan	0,30	Dengan pengecualian tertentu pada regulasi
Makanan ringan siap santap	0,25	Mengikuti PerBPOM 9/2022

Data Kunsah et al. (2021) berada di bawah contoh batas 0,25 mg/kg. Namun, kesimpulan kepatuhan untuk masing-masing produk tetap harus menggunakan kategori

pangan dan ketentuan yang benar. Ketidakpastian juga perlu dipertimbangkan apabila hasil berada dekat dengan batas sehingga keputusan tidak hanya didasarkan pada selisih angka hasil terhadap batas.

5.5 Pembahasan

Hasil analisis menunjukkan bahwa kadar Pb pada sepuluh data sekunder relatif rendah, dengan rerata 0,0196 mg/kg. Temuan ini sejalan dengan publikasi Kunsah et al. (2021) yang menyatakan seluruh sampel makanan dan minuman kemasan kaleng dalam penelitian tersebut tidak melebihi batas yang digunakan. Nilai yang rendah tidak berarti proses pengujian bebas dari uncertainty; justru pada konsentrasi rendah, kontribusi relatif dari beberapa komponen dapat menjadi lebih terasa.

Pada analisis unsur renik dalam pangan, Coelho et al. (2013) menunjukkan bahwa uncertainty dapat dievaluasi melalui pendekatan bottom-up maupun top-down. Pendekatan bottom-up yang digunakan pada laporan ini lebih mudah dijelaskan melalui uncertainty budget karena setiap sumber dapat dilihat secara terpisah. Namun, nilai komponen harus berasal dari data laboratorium yang benar-benar tersedia, bukan sekadar asumsi.

Yang (2007) menunjukkan bahwa evaluasi uncertainty pada penentuan Pb dengan AAS perlu mencakup seluruh prosedur analitik. Hal ini penting karena kesalahan atau variasi tidak hanya terjadi pada instrumen. Tahap preparasi, kehilangan analit, transfer larutan, pengenceran, dan kualitas standar dapat ikut memengaruhi hasil akhir.

Hasil validasi Ullah et al. (2017) memperlihatkan recovery Pb 90–104% dan RSD presisi 4,90–9,60% pada metode GF-AAS. Data tersebut menunjukkan bahwa presisi dan trueness merupakan informasi penting ketika laboratorium menyusun uncertainty budget. Dengan kata lain, uncertainty tidak sebaiknya dibuat hanya dari spesifikasi alat, tetapi perlu menggabungkan data kinerja metode yang nyata.

Nilai ketidakpastian diperluas hasil rekonstruksi sebesar 16.19% masih berada di bawah 20%. Coelho et al. (2013) melaporkan kesesuaian pendekatan uncertainty pada nilai U relatif di bawah 20%; namun angka tersebut bukan batas penerimaan universal. Pada laporan ini, hasil tersebut hanya digunakan sebagai pembandingan kewajaran.

Keterbatasan utama laporan adalah data primer tidak tersedia. Data kadar Pb berasal dari satu publikasi dan tidak disertai uncertainty budget lengkap. Karena itu, komponen 3%, 5%, 4%, 2%, 1,5%, 0,5%, dan 3% yang digunakan dalam model merupakan angka rekonstruksi untuk menunjukkan mekanisme perhitungan, bukan hasil pengukuran

laboratorium baru. Jika laporan akan digunakan sebagai laporan penelitian primer, uncertainty budget harus diganti dengan data aktual dari laboratorium.

BAB VI

RENCANA DAN TAHAPAN BERIKUTNYA

6.1 Rencana Tahapan Berikutnya

1. Melakukan pengujian primer pada beberapa jenis produk pangan kemasan dengan kategori pangan yang jelas.
2. Menggunakan bahan acuan bersertifikat atau CRM apabila tersedia untuk menilai trueness.
3. Melakukan pengulangan pengukuran pada hari yang berbeda dan, bila memungkinkan, oleh analis yang berbeda.
4. Mengumpulkan data kalibrasi, recovery, blanko, presisi, penimbangan, dan volumetri untuk uncertainty budget aktual.
5. Menentukan kontribusi relatif setiap komponen dan memfokuskan tindakan perbaikan pada komponen dengan kontribusi terbesar.
6. Menetapkan aturan keputusan apabila hasil berada dekat dengan batas regulasi.

6.2 Bentuk Tindak Lanjut

Laboratorium dapat menggunakan hasil evaluasi uncertainty untuk menetapkan prioritas pengendalian mutu. Jika preparasi/digesti memberikan kontribusi besar, fokus perbaikan dapat diarahkan pada homogenisasi, destruksi, transfer, dan recovery. Jika repeatability menjadi sumber terbesar, evaluasi dapat diarahkan pada kondisi instrumen, operator, jumlah pengulangan, dan stabilitas larutan. Sertifikat kalibrasi dan bahan acuan perlu disimpan sebagai bukti ketertelusuran.

BAB VII

KESIMPULAN DAN SARAN

7.1 Kesimpulan

Sepuluh data kadar Pb dari publikasi Kunsah et al. (2021) berada pada kisaran 0,010–0,027 mg/kg dengan rerata 0.0196 mg/kg. Model uncertainty bottom-up yang digunakan memasukkan tujuh komponen, yaitu kalibrasi, repeatability, preparasi/digesti, volumetri, larutan standar, neraca, dan recovery/bias. Ketidakpastian baku gabungan hasil rekonstruksi adalah 8.09% dan ketidakpastian diperluas pada $k=2$ adalah 16.19%. Pada rerata kadar Pb, ketidakpastian absolut yang diperluas sekitar ± 0.0032 mg/kg. Ketidakpastian perlu dilaporkan bersama hasil kadar Pb, terutama ketika hasil berada dekat dengan batas persyaratan kategori pangan yang bersangkutan. Angka uncertainty dalam laporan ini merupakan rekonstruksi analitik, bukan uncertainty asli dari publikasi sumber, sehingga penelitian primer tetap diperlukan untuk menghasilkan uncertainty budget yang dapat dipertanggungjawabkan sebagai kinerja laboratorium tertentu.

7.2 Saran

1. Laboratorium sebaiknya menyusun uncertainty budget berdasarkan data primer dari metode yang benar-benar digunakan.
2. Pengujian Pb perlu disertai data presisi, recovery, kalibrasi, blanko, dan ketertelusuran bahan standar.
3. Kategori pangan harus ditentukan dengan benar sebelum hasil dibandingkan dengan batas PerBPOM.
4. Apabila hasil berada dekat dengan batas regulasi, ketidakpastian dan aturan keputusan perlu dipertimbangkan agar keputusan memenuhi/tidak memenuhi tidak hanya bergantung pada satu angka hasil.
5. Penelitian lanjutan sebaiknya menggunakan CRM, beberapa batch sampel, beberapa hari pengukuran, dan lebih dari satu analisis.

DAFTAR PUSTAKA

- Kunsah B, Kartikorini N, Ariana D. (2021). Analisa Cemar Logam Berat (Pb, Cd, Zn) pada Makanan dan Minuman Kemasan Kaleng dengan Menggunakan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *The Journal of Muhammadiyah Medical Laboratory Technologist*, 4(1). doi:10.30651/jmlt.v4i1.7604.
- Coelho I, Gueifão S, Matos AS, Roe M, Castanheira I. (2013). Experimental approaches for the estimation of uncertainty in analysis of trace inorganic contaminants in foodstuffs by ICP-MS. *Food Chemistry*, 141(1), 604–611. doi:10.1016/j.foodchem.2013.03.040.
- Yang FH. (2007). Microwave-assisted digestion with atomic absorption spectrometry for determination of Pb, Cd, Cu, Fe, Zn and Mn in food and assessment of uncertainty of analytical results. *Guang Pu Xue Yu Guang Pu Fen Xi*, 27(7), 1440–1443.
- Ullah AKMA, Maksud MA, Khan SR, Lutfi LN, Quraishi SB. (2017). Development and validation of a GF-AAS method and its application for the trace level determination of Pb, Cd, and Cr in fish feed samples commonly used in the hatcheries of Bangladesh. *Journal of Analytical Science and Technology*, 8, 15. doi:10.1186/s40543-017-0124-y.
- Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 9 Tahun 2022. (2022). Persyaratan Cemar Logam Berat dalam Pangan Olahan.
- PUSAKOM Badan POM. (2023). Analisis Risiko Keamanan Pangan Indonesia (Risk Assessment Center-INARAC) Tahun 2023.
- International Organization for Standardization. (2022). ISO/IEC 17025:2017 — General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Referensi kompetensi laboratorium dan ketertelusuran hasil pengujian.
- EURACHEM/CITAC. (2012). Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Third Edition.

LAMPIRAN

