

Analisis Kadar Air pada Susu Bubuk Kemasan Menggunakan Metode *Near Infrared Spectroscopy* dan Kemometrik

(*Analysis of Water Content in Packaged Milk Powder Using Near Infrared Spectroscopy and Chemometric Methods*)

Salma Luthfiana Nurshabira, Ayik Rosita Puspaningtyas, Lestyo Wulandari*

Fakultas Farmasi Universitas Jember
Jl. Kalimantan No. 37 Jember, Indonesia, 68121
e-mail: lestyowulandari@unej.ac.id

Abstract

This study aims to evaluate the feasibility of using Near Infrared Spectroscopy (NIR) for measuring moisture content in powdered milk. The experiment involved creating simulated powdered milk samples by spraying water onto packaged milk powder. The moisture content of the samples was then measured using NIR spectroscopy and gravimetry. Results indicate that NIR spectroscopy is an accurate and reliable method for measuring moisture content in powdered milk, with a strong correlation between the two measurement methods. The experiment utilized 18 training samples with water concentrations ranging from 1-9% and 6 test samples with water concentrations of 3-7%. The NIR spectra of the samples were analyzed using three different calibration models: PLS, PCR, and SVR. The PLS model proved to be the most accurate, with an R-squared value of 0.9346 and an RMSE value of 0.4392. The PLS model was then applied to measure the moisture content in three real powdered milk samples. The results showed no significant difference between the moisture content measured by NIR spectroscopy and gravimetry, demonstrating that NIR spectroscopy is a viable method for determining the moisture content of powdered milk in real-world applications.

Keywords: chemometric, gravimetric, moisture content, near infrared spectroscopy (NIR)

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi kelayakan penggunaan spektroskopi NIR dalam mengukur kadar air pada susu bubuk. Eksperimen melibatkan pembuatan sampel simulasi susu bubuk yang dikondisikan dan dengan penambahan air sejumlah tertentu. Kadar air sampel kemudian diukur menggunakan spektroskopi NIR dan gravimetri sebagai metode pembanding. Hasil menunjukkan bahwa spektroskopi NIR merupakan metode yang akurat dan andal dalam mengukur kadar air susu bubuk, dengan korelasi yang kuat antara kedua metode pengukuran. Eksperimen menggunakan 18 sampel *training set* dengan konsentrasi air 1-9% dan 6 sampel *test set* dengan konsentrasi air 3-7%. Spektra NIR sampel kemudian dianalisis menggunakan tiga model kalibrasi berbeda: PLS, PCR, dan SVR. Model PLS terbukti paling akurat, dengan nilai *R-square* sebesar 0,9346 dan nilai RMSE sebesar 0,4392. Eksperimen menerapkan model PLS untuk mengukur kadar air pada tiga sampel nyata susu bubuk. Hasil menunjukkan tidak ada perbedaan signifikan antara kadar air yang diukur dengan spektroskopi NIR dan gravimetri, menunjukkan bahwa spektroskopi NIR merupakan metode yang layak untuk menentukan kadar air susu bubuk dalam aplikasi sampel nyata.

Kata kunci: kemometrik, gravimetri, kadar air, spektroskopi inframerah dekat (NIR)

Pendahuluan

Susu adalah cairan putih yang kaya akan kalsium, laktosa, protein, fosfor, vitamin A, dan B1, yang dihasilkan dari sekresi kelenjar mammae mamalia [1,2]. Menurut Kamus Besar Bahasa Indonesia, bubuk adalah serbuk atau barang yang ditumbuk sampai halus. Susu bubuk, yang awalnya berupa cairan, dihasilkan dari pengurangan kadar air melalui proses pengeringan, rekombinasi, dan tambahan bahan lainnya. Susu bubuk memiliki kadar air maksimal 5%, sehingga memiliki masa simpan yang lebih lama dan kualitas yang lebih baik dibandingkan susu cair [3]. Salah satu metode pengolahan susu menjadi bubuk adalah dengan teknik *spray drying*, sedangkan metode *foam-mat drying* adalah metode yang hemat biaya dan listrik. Pengurangan kadar air dalam susu bertujuan untuk menghambat aktivitas mikroba dan meningkatkan daya simpan [4].

Kadar air dalam susu bubuk mempengaruhi perubahan fisik dan mikrobiologisnya, sehingga kadar air yang lebih dari 5% dapat menyebabkan tumbuhnya mikroba yang merusak kualitas susu. Metode yang umum digunakan untuk mengukur kadar air adalah termogravimetri, destilasi, serta spektroskopi NIR-kemometrik dan gravimetri. Spektroskopi NIR merupakan teknik analisis berdasarkan vibrasi molekul dengan kelebihan berupa preparasi yang sederhana dan non-destruktif [5,6]. Namun, data spektra yang dihasilkan seringkali besar dan bertumpuk, sehingga membutuhkan pengelolaan data spektrum menggunakan teknik kemometrik statistik multivariat.

Menurut Farmakope Indonesia [7], salah satu metode yang dapat digunakan untuk menentukan kadar air adalah metode gravimetri. Metode ini umum digunakan untuk sampel yang tidak mudah menguap seperti minyak atsiri. Tahapan metode gravimetri mencakup beberapa langkah, yaitu pengendapan, penyaringan, pencucian endapan, dan pengeringan serta penimbangan endapan hingga beratnya konstan [8]. Pada tahap pengendapan, larutan yang mengandung senyawa yang tidak larut diendapkan terlebih dahulu. Kemudian, endapan tersebut disaring hingga tidak ada senyawa yang hilang selama penyaringan, dengan tujuan mendapatkan endapan yang terpisah dari pelarutnya. Setelah penyaringan, endapan dicuci untuk membersihkannya dari pelarut. Pada tahap terakhir, endapan dikeringkan dan ditimbang untuk menentukan kadarnya. Air dalam jumlah kecil dapat diukur berdasarkan berkurangnya

berat selama pengeringan hingga tercapai berat konstan.

Spektroskopi NIR (*Near Infrared*) adalah metode lain yang dapat digunakan untuk analisis kadar air. Spektroskopi inframerah merupakan spektroskopi vibrasional yang terbagi menjadi tiga bagian berdasarkan panjang gelombang: IR dekat (800-2500 nm), IR tengah (2500-25000 nm), dan IR jauh (25000-1000000 nm). IR tengah sering digunakan untuk analisis kualitatif sistem organik karena banyaknya vibrasi dasar, sementara IR dekat sering digunakan untuk mendeteksi kimia [9]. Molekul yang dapat menyerap radiasi IR adalah ikatan yang memiliki momen dipol yang berubah selama vibrasi, sehingga memungkinkan transfer energi jika frekuensi radiasi yang datang sesuai dengan frekuensi perubahan momen dipol [10].

Kemometrik adalah teknik yang menggabungkan penerapan matematika, pengolahan data, dan evaluasi serta interpretasi data secara statistik untuk mengolah data yang banyak. Teknik ini biasanya digunakan untuk merancang prosedur pengujian dan menerjemahkan informasi kimia dari data dengan mengkorelasikan data spektra dengan parameter kimia, sehingga model kalibrasi yang dihasilkan lebih akurat dan presisi. Dalam pengolahan data spektrum NIR, program aplikasi seperti *The Unscrambler* dapat membantu mengembangkan model matematis yang menggambarkan hubungan antara variabel x dan y [11,12]. Analisis multivariat yang digunakan dalam kemometrik dapat dibagi menjadi analisis kuantitatif dan kualitatif. Analisis kuantitatif mencakup *Partial Least Square* (PLS), *Principal Component Regression* (PCR), *Multiple Linear Regression* (MLR), *Support Vector Regression* (SVR), dan *Artificial Neural Networks* (ANN), sedangkan analisis kualitatif meliputi *Linear Discriminant Analysis* (LDA), *Principal Component Analysis* (PCA), dan *Soft Independent Modelling of Class Analogy* (SIMCA) [13].

Metode PLS adalah kombinasi dari sifat komponen utama dan regresi linear berganda yang menghasilkan variabel baru sebagai kombinasi linear dari variabel bebas dengan dimensi lebih kecil [14]. PCR mengubah sebagian besar variabel awal yang berkorelasi menjadi kumpulan variabel baru yang lebih kecil dan independen, membantu mengatasi masalah multikolinieritas pada regresi berganda [15]. SVR bertujuan menemukan fungsi regresi yang sesuai dengan semua data dengan kesalahan seminimal mungkin [16].

Berdasarkan penelitian [6], ada beberapa cara yang dapat digunakan untuk mengukur kadar air di antaranya pengeringan (termogravimetri), destilasi (termovolumetri), fisis dan kimiawi (Metode Karl Fischer). Secara umum cara untuk mengukur kadar air menggunakan metode pengeringan (termogravimetri) yang mengacu pada SNI 01-2891-1992, bahan pangan dipanaskan ke dalam oven dengan suhu $\pm 120^{\circ}\text{C}$ sampai mencapai berat konstan. Dalam penelitian ini untuk mengetahui kadar air yang terkandung dalam susu menggunakan spektroskopi NIR-kemometrik yaitu teknik analisis berdasarkan vibrasi molekulnya dan metode gravimetri. Metode NIR memiliki kelebihan berupa penggunaan preparat yang sederhana dan non-destruktif, tidak memerlukan bahan kimia, dan tidak menimbulkan polusi. Namun kekurangannya yaitu data yang dihasilkan oleh Spektroskopi NIR berupa spektra yang besar dan bertumpuk sehingga tidak memungkinkan untuk dianalisis hanya dengan melihat grafik panjang gelombangnya. Melihat dari kekurangannya tersebut, maka pengelolaan data spektrum spektroskopi NIR menggunakan teknik kemometrik statistik multivariat. Teknik statistik multivariat memiliki kemampuan memperoleh informasi spektra yang dibutuhkan spektra inframerah pada spektroskopi NIR serta menggunakan spektra tersebut untuk penggunaan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kemometrik yang digunakan pada penelitian ini dibantu dengan memakai perangkat lunak *The Unscrambler X 10.4*.

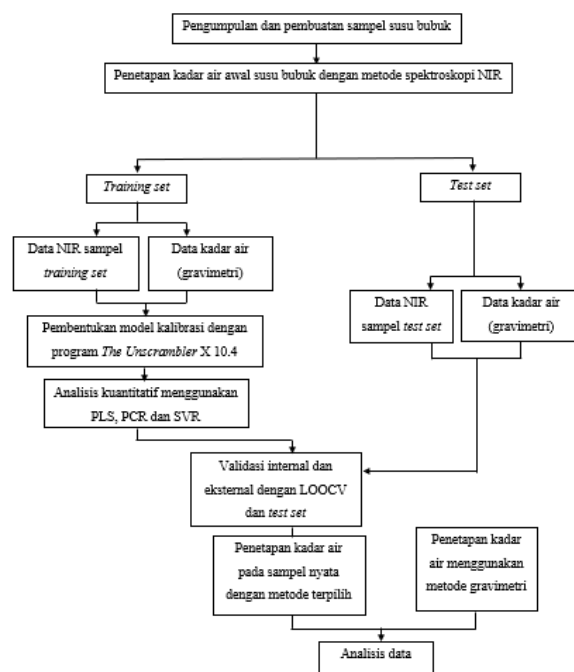
Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan model kalibrasi menggunakan spektroskopi NIR dan kemometrik untuk penentuan kadar air pada susu bubuk serta membandingkan hasil kadar air menggunakan metode spektroskopi NIR dan kemometrik dengan metode gravimetri, apakah terdapat perbedaan yang signifikan. Diharapkan hasil penelitian ini dapat memberikan pengetahuan tentang penetapan kadar air menggunakan metode yang lebih mudah dan sederhana serta informasi tentang kandungan air pada susu bubuk.

Metode Penelitian

Penelitian ini menggunakan desain eksperimental laboratorium untuk menentukan kadar air pada susu bubuk dengan metode spektroskopi NIR dan kemometrik serta gravimetri. Penelitian dilaksanakan dari bulan Mei 2022 hingga selesai, berlokasi di Laboratorium Kimia Fakultas Farmasi Universitas

Jember. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah sampel susu bubuk, sedangkan variabel terikatnya adalah intensitas spektrum kadar air pada NIR. Metode analisis kadar air menggunakan spektroskopi NIR dan gravimetri menjadi variabel terkendali.

Definisi operasional dari sampel susu bubuk dibagi menjadi dua: sampel simulasi dan sampel nyata. Sampel simulasi dibuat dengan menyimpan susu bubuk dalam kemasan terbuka atau menambahkan air dalam volume tertentu, sedangkan sampel nyata adalah susu bubuk kemasan yang dibeli di supermarket dan online. Sampel dibagi menjadi dua: *training set* dengan kadar air antara 1% hingga 9% dan *test set* dengan kadar air antara 3% hingga 7%.



Gambar 1. Alur penelitian

Pengumpulan sampel pada penelitian ini adalah dengan membeli sampel susu bubuk dari supermarket dan membuat sampel simulasi. Kadar air pada sampel *training set* pertama kali diukur menggunakan metode spektroskopi NIR untuk mendapatkan spektrum yang akan digunakan dalam membentuk model kalibrasi, yang selanjutnya dibandingkan dengan metode gravimetri. Model kalibrasi yang digunakan meliputi PLS, PCR, dan SVR. Hasil pengukuran kadar air pada sampel nyata susu bubuk menggunakan spektroskopi NIR dan kemometrik kemudian dibandingkan dengan hasil dari

metode gravimetri. Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi spektrofotometer NIR, oven, timbangan analitik, mikropipet, program *The Unscrambler X 10.4*, dan cawan porselen. Bahan yang digunakan adalah aquadest dan susu bubuk untuk pembuatan *training set* dan *test set*.

Penetapan kadar air dilakukan dengan metode gravimetri sebagai metode pembandingan dengan cara susu bubuk ditimbang sebanyak 6 gram lalu dimasukkan ke dalam cawan porselen (replikasi 3 kali) dan dipanaskan dalam oven pada suhu 102°C selama 40 menit di pemanasan pertama. Kemudian cawan didinginkan dalam desikator selama 30 menit lalu ditimbang kembali. Pada pemanasan berikutnya dipanaskan selama 15 menit. Susu bubuk ditimbang sebanyak 1-3 gram untuk mendapatkan konsentrasi air yang tinggi. Prosedur ini dikerjakan hingga diperoleh bobot konstan dan kadar air dihitung menggunakan rumus:

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{massa awal} - \text{massa konstan}}{\text{massa penimbangan}} \times 100$$

Analisis data kadar air dalam susu bubuk dilakukan menggunakan uji *t* dua sampel berpasangan (*paired t-test*) yang diperoleh dari perbandingan data hasil kadar air susu bubuk menggunakan metode spektroskopi NIR dengan data hasil kadar air menggunakan metode gravimetri. Perbandingan dari hasil yang diperoleh dianggap tidak terdapat perbedaan yang berarti jika nilai sig. (*2-tailed*) > 0,05 dengan tingkat kepercayaan 95%.

Hasil

Pengukuran Kadar Air Sampel Simulasi dengan Metode Gravimetri

Sampel simulasi dalam penelitian ini diperoleh dari pembelian susu bubuk kemasan di Jember. Sampel disimpan dalam toples tertutup dan terbuka pada suhu ruangan 25°C selama 1 dan 7 hari, lalu kadar airnya diukur dengan spektroskopi NIR dan gravimetri. Penambahan air dilakukan untuk mencapai konsentrasi yang diinginkan, dengan teknik penyemprotan melalui kertas HVS berlubang di atas cawan. Penelitian ini menggunakan 18 sampel *training set* dengan konsentrasi air 1-9% dan 6 sampel *test set* dengan konsentrasi air 3-7%. Hasil pengukuran kadar air ditunjukkan pada tabel 1 dan 2.

Tabel 1. Hasil pengukuran kadar air sampel *training set* dengan metode gravimetri

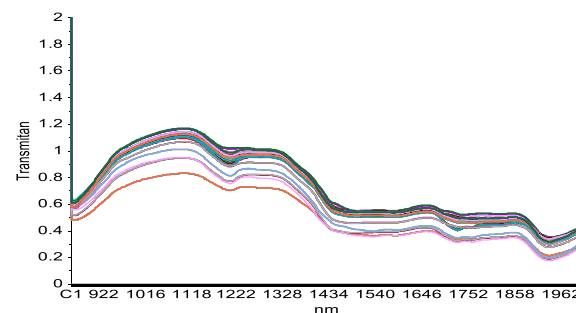
No.	Kode Sampel	Rata-rata (%b/b) ± SD	KV (%)
1.	D ₁	1,1107 ± 0,0382	3,4384
2.	F ₁	1,3380 ± 0,0232	1,7330
3.	F ₂	1,5982 ± 0,0286	1,7872
4.	F _{T1}	2,4609 ± 0,0272	1,1034
5.	E ₁	2,7477 ± 0,0507	1,8451
6.	A ₁	2,7952 ± 0,0543	1,9443
7.	A _{T8}	2,8126 ± 0,0819	2,9124
8.	E _{T1}	2,9364 ± 0,0486	1,6544
9.	F _{B1}	3,2869 ± 0,0331	1,0065
10.	D _{T8}	3,3500 ± 0,0280	0,8360
11.	A _{B1}	3,6669 ± 0,0191	0,5195
12.	E _{B8}	3,7270 ± 0,0449	1,2034
13.	F _{T8}	3,9967 ± 0,0366	0,9168
14.	A _{B8}	4,4859 ± 0,0647	1,4418
15.	B ₅	5,0905 ± 0,0724	1,4219
16.	D _{T1}	5,7342 ± 0,0710	1,2373
17.	D ₆	6,3671 ± 0,0417	0,6545
18.	D ₈	8,8357 ± 0,0185	0,2093

Tabel 2. Hasil pengukuran kadar air sampel *test set* dengan metode gravimetri

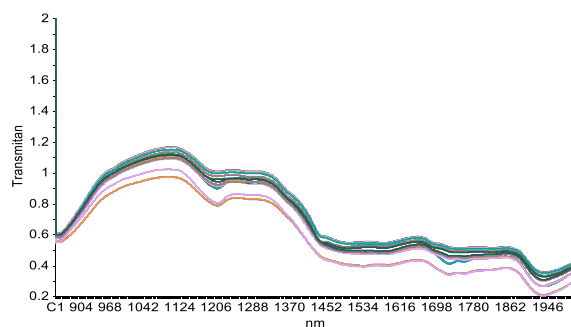
No.	Kode Sampel	Rata-rata (%b/b) ± SD	KV (%)
1.	E _{T8}	3,1460 ± 0,0623	1,9793
2.	E _{B1}	3,6727 ± 0,0270	0,7332
3.	F _{B8}	4,4951 ± 0,0404	0,8981
4.	F ₈	5,1051 ± 0,0790	1,5467
5.	D _{B8}	5,9188 ± 0,0107	0,1804
6.	D ₇	7,1431 ± 0,0887	1,2420

Spektrum IR Sampel *Training Set* dan *Test Set*

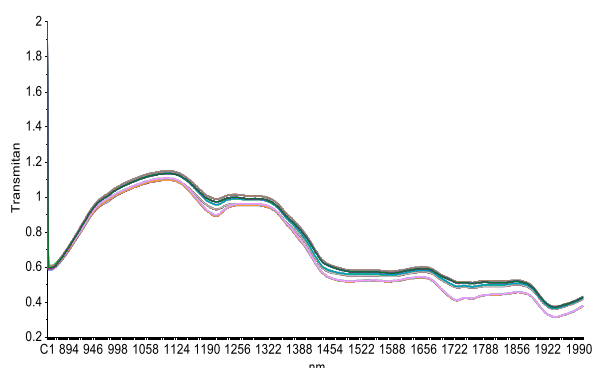
Pengukuran sampel simulasi dan sampel nyata dengan memakai instrumen spektroskopi NIR "luminar 3070" yang dilengkapi dengan perangkat lunak Brimrose di dalam komputer digunakan untuk mendapatkan spektrum IR. Hal ini dilakukan dengan mereplikasi sampel simulasi dan sampel nyata sebanyak 3 kali dengan 5 kali tembakan pada masing-masing replikasi (Gambar 2, 3 dan 4).



Gambar 2. Spektrum IR sampel simulasi susu bubuk *training set*



Gambar 3. Spektrum IR sampel simulasi susu bubuk test set



Gambar 4. Spektrum IR sampel nyata susu bubuk

Hasil penghitungan KV data spektrum NIR ditampilkan pada table .

Tabel 3. Hasil KV data spektrum NIR training set

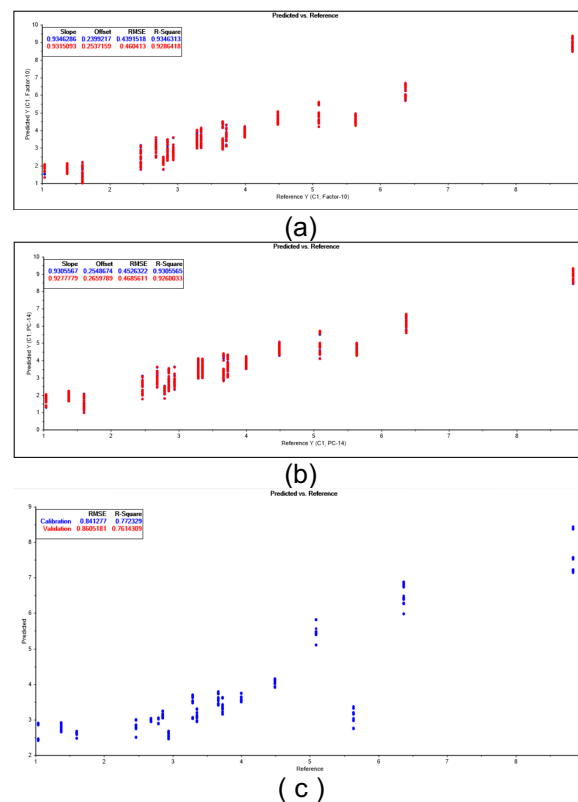
Kode Sampel	Rentang KV (%)
A ₁	0,0056-0,7001
A _{B1}	0,0185-0,6411
A _{B8}	0,0146-0,9693
A _{T8}	0,0071-1,2115
B ₅	0,0066-1,5490
D _{T8}	0,0072-1,2348
D ₆	0,0287-23,0005
D ₈	0,0819-6,1403
E ₁	0,0116-0,8411
E _{B8}	0,0102-1,4066

Berdasarkan nilai KV yang didapat dari data spektrum training set menunjukkan telah memenuhi persyaratan yaitu <30% yang berarti

data spektrum training set dapat dilakukan pembentukan model kalibrasi.

Pembentukan Model Kalibrasi

Model kalibrasi digunakan untuk mendapatkan persamaan prediksi yang dapat mengukur kadar sampel yang diteliti. Dalam penelitian ini, model kalibrasi dibentuk menggunakan sampel training set. Tiga model kalibrasi yang digunakan adalah *Partial Least Squares* (PLS), *Principal Component Regression* (PCR), dan *Support Vector Regression* (SVR) (Gambar 5). Model PLS dan PCR bekerja dengan menghitung nilai matriks X dan Y, kemudian membentuk model regresi dari nilai tersebut. Sementara itu, model SVR didasarkan pada perhitungan fungsi regresi linear dalam ruang dimensi tinggi, di mana data dipetakan melalui fungsi non-linier.



Gambar 5. Gambarn tiga model kalibrasi *Partial Least Squares* (PLS), *Principal Component Regression* (PCR), dan *Support Vector Regression* (SVR).

Hasil pembentukan model kalibrasi secara keseluruhan dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 4. Hasil pembentukan model kalibrasi

No.	Model		RMSE	R-Square
1.	PLS	Kalibrasi	0,4392	0,9346
		Validasi	0,4604	0,9286
2.	PCR	Kalibrasi	0,4526	0,9306
		Validasi	0,4686	0,9260
3.	SVR	Kalibrasi	0,8413	0,7723
		Validasi	0,8605	0,7614

Hasil pembentukan ketiga model kalibrasi—PLS, PCR, dan SVR—menunjukkan bahwa model PLS adalah yang terbaik berdasarkan tabel 4, dengan nilai *R-square* sebesar 0,9346 dan nilai RMSE sebesar 0,4392. Model ini dipilih karena memiliki nilai *R-square* tertinggi mendekati 1 dan nilai RMSE terendah mendekati 0. Penelitian ini menunjukkan bahwa model kalibrasi PLS lebih akurat dibandingkan model lainnya.

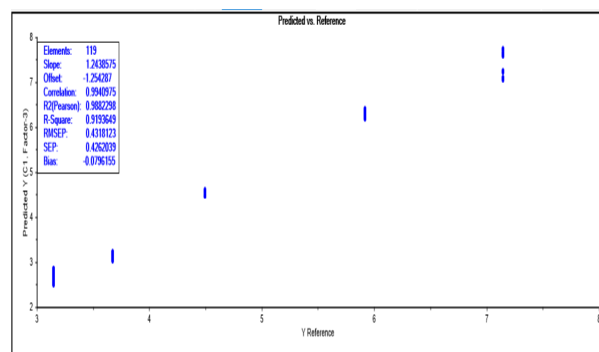
Validasi Model Kalibrasi

Hasil validasi internal menggunakan kalibrasi PLS dengan menggunakan validasi LOOCV (*Leave-One-Out-Cross Validation*) dapat dilihat pada tabel 5.

Tabel 5. Hasil validasi internal model kalibrasi PLS

Konsentrasi sampel yang dikeluarkan	RMSE	R-Square
2,4609 %b/b	0,4452	0,9352
3,6669 %b/b	0,4542	0,9344
4,4859 %b/b	0,4456	0,9330
5,0905 %b/b	0,4388	0,9362

Hasil dari validasi eksternal didapatkan nilai *R-square* sebesar 0,9194 dan nilai RMSE sebesar 0,4318. Hasil validasi eksternal dapat dilihat pada gambar 6.



Gambar 6. Hasil validasi eksternal kalibrasi PLS

Penerapan Model Terpilih Terhadap Sampel Nyata

Sampel nyata yang digunakan sebanyak 3 merek susu bubuk. Masing-masing sampel nyata dilakukan scanning menggunakan spektroskopi NIR yang direplikasi sebanyak 3 kali dengan 5 kali tembakan tiap replikasi. Perlakuan tersebut dilakukan untuk menetapkan kadar air. Hasil penetapan kadar air ditunjukkan pada tabel 6.

Tabel 6. Hasil penetapan kadar air pada sampel nyata

Kode Sampel	Kadar Air	
	NIR Rata-rata (%b/b) ± KV (%)	Gravimetri Rata-rata (%b/b) ± KV (%)
DC	2,3933 ± 4,3555	2,0022 ± 1,0820
BT	1,4451 ± 2,0856	1,6121 ± 1,7385
KR	2,0197 ± 4,1908	2,0409 ± 1,9546

Pembahasan

Pengukuran Kadar Air Sampel Simulasi dengan Metode Gravimetri

Hasil pengukuran kadar air pada sampel susu bubuk menunjukkan bahwa semua sampel, baik *training set* maupun *test set*, memiliki variasi kadar air yang berbeda setelah perlakuan. Standar Nasional Indonesia (SNI) menetapkan bahwa kadar air yang baik pada susu bubuk adalah 5%. Dalam penelitian ini, beberapa sampel menunjukkan peningkatan kadar air yang signifikan setelah perlakuan, sejalan dengan penelitian [17] yang menyatakan bahwa cara penyimpanan susu bubuk dapat mempengaruhi penyerapan air. Susu bubuk yang disimpan dalam kondisi terbuka pada suhu ruangan mengalami peningkatan kadar air hingga 3,44 kali lipat, sementara susu yang disimpan dalam kemasan utuh tidak mengalami perubahan kadar air.

Pada tabel 1 dan 2, persyaratan nilai persen koefisien variasi (KV) yang baik, yaitu $\leq 2,7\%$, telah terpenuhi. Namun, kemungkinan tingkat kesalahan dalam pembuatan sampel meningkat seiring dengan penurunan konsentrasi sampel. Hal ini terlihat pada sampel training set dengan kode D₁ dan A_{T8} yang memiliki konsentrasi 1,1107%b/b dan 2,2186%b/b, di mana nilai KV yang diperoleh $\geq 2,7\%$, lebih tinggi dibandingkan sampel lainnya [18].

Spektrum IR Sampel Training Set dan Test Set

Gambar spektrum sampel training set, test set, dan sampel nyata pada Gambar 2, 3 dan 4

menunjukkan plot yang mirip, dengan panjang gelombang pada sumbu x dan nilai transmitansi pada sumbu y. Penelitian menunjukkan bahwa spektrum NIR memiliki puncak yang berbeda pada panjang gelombang sekitar 1460 nm, yang disebabkan oleh transisi vibrasi molekul air intramolekul. Ini dapat digunakan sebagai indikator kredibel untuk memprediksi kadar air secara kuantitatif dan kualitatif. Panjang gelombang spesifik untuk air adalah pita kombinasi ulur OH dan lekukan HOH pada 1942 nm dan nada atas ulur OH pertama pada 1449 nm [19].

Nilai KV yang didapat dari data spektrum training set menunjukkan telah memenuhi persyaratan yaitu <30% yang berarti data spektrum training set dapat dilakukan pembentukan model kalibrasi menggunakan PLS [20].

Pembentukan Model Kalibrasi

Dalam penelitian ini, model kalibrasi dibentuk menggunakan sampel training set. Tiga model kalibrasi yang digunakan adalah *Partial Least Squares* (PLS), *Principal Component Regression* (PCR), dan *Support Vector Regression* (SVR). Model PLS dan PCR bekerja dengan menghitung nilai matriks X dan Y, kemudian membentuk model regresi dari nilai tersebut [21,22]. Sementara itu, model SVR didasarkan pada perhitungan fungsi regresi linear dalam ruang dimensi tinggi, di mana data dipetakan melalui fungsi non-linier [23].

Tabel 4 menunjukkan hasil pembentukan ketiga model kalibrasi dengan nilai *R-square* sebesar 0,9346 dan nilai RMSE sebesar 0,4392. Model ini dipilih karena memiliki nilai *R-square* tertinggi mendekati 1 dan nilai RMSE terendah mendekati 0. Penelitian ini menunjukkan bahwa model kalibrasi PLS lebih akurat dibandingkan model lainnya, dengan kesalahan yang kecil, dan dapat digunakan untuk mengukur semua ukuran varian secara efektif [22].

Analisis data dalam penelitian ini dilakukan dengan uji t setelah memastikan asumsi melalui uji normalitas *Shapiro-Wilk*. Uji normalitas menunjukkan bahwa data kadar air menggunakan metode spektroskopi NIR (nilai sig 0,380) dan gravimetri (nilai sig 0,156) terdistribusi normal, karena nilai sig >0,05. Selanjutnya, uji t dua sampel berpasangan dilakukan untuk membandingkan kadar air yang diukur dengan spektroskopi NIR dan gravimetri, menghasilkan nilai sig (*2-tailed*) sebesar 0,420. Nilai ini >0,05, sehingga tidak terdapat perbedaan signifikan

antara kedua metode pengukuran kadar air dengan tingkat kepercayaan 95%.

Simpulan dan Saran

Penentuan kadar air dapat dilakukan dengan metode spektroskopi NIR dan kemometrik menggunakan model kalibrasi PLS (*Partial Least Square*) terpilih dengan nilai *R-square* sebesar 0,9346, nilai RMSE sebesar 0,4392 dan hasil validasi internal dengan nilai *R-square* sebesar 0,9350 serta validasi eksternal menghasilkan nilai *R-square* sebesar 0,9194 dengan nilai RMSE sebesar 0,4318. Berdasarkan hasil yang didapat dari uji t dua sampel berpasangan tidak terdapat perbedaan yang signifikan antara pengukuran kadar air menggunakan metode spektroskopi NIR dan gravimetri dengan nilai signifikansi sebesar 0,420 (>0,05).

Penelitian serupa dapat dilakukan dengan memperhatikan hal berikut antara lain, diperlukan sampel lebih banyak dengan variasi konsentrasi kadar air sampel training set agar cakupan rentang konsentrasi kadar air pada sampel lebih luas sehingga diperoleh nilai parameter *R-square*, RMSEC dan RMSECV yang lebih baik. Selain itu, dapat digunakan metode serupa untuk menentukan kadar air selain pada bahan makanan.

Daftar Pustaka

- [1] Asriati DW, Thamrin I, Ariyanti M, Ardiansyah A. Pengaruh penambahan polifenol terhadap karakteristik milk chocolate couverture dan analog. *Jurnal Industri Hasil Perkebunan*. 2020; 15(1): 83.
- [2] Glatz-Hoppe J, Boldt A, Spiekers H, Mohr E, Losand B. Relationship between milk constituents from milk testing and health, feeding, and metabolic data of dairy cows. *Journal of Dairy Science*, 2020; 103(11): 10175–10194.
- [3] Badan Standardisasi Nasional Indonesia, "Susu bubuk," accessed July 29, 2024, [Online]. Available from: <http://sispk.bsn.go.id/SNI/DetailSNI/9368>
- [4] Imaniyah INP. Kajian Etnobiologi Asupan Yang Dianjurkan Untuk Ibu Hamil, Pasca Melahirkan, Dan Balita Masyarakat Pulau Bawean Serta Pemanfaatannya Sebagai Buku Ilmiah Populer. Universitas Jember; 2020.
- [5] Karlinasari L, Sabed M, Wistara NJ, Purwanto A, Wijayanto H. Karakteristik spektra absorbansi nir (near infra red) spektroskopi kayu acacia mangium willd

- pada 3 umur berbeda. Jurnal Ilmu Kehutanan, 2014; 6(1): 45.
- [6] Krismaningrum A, Rahmadhia SN. Analisis mutu produk akhir pada pengolahan susu kambing peranakan etawa bubuk di cv pqr d.i. Yogyakarta. Agrokompleks, 2023; 23(1): 70–77.
- [7] Depkes, Farmakope Indonesia Edisi VI, Kementerian Kesehatan Republik Indonesia; 2020.
- [8] Yusaerah N et al., Konsep Dasar Kimia Analitik. PT. Global Eksekutif Teknologi; 2022.
- [9] Beć KB, Grabska J, Huck CW. Near-infrared spectroscopy in bio-applications. Molecules, 2020; 25(12): 2948.
- [10] Ramjani R. Pigmen Fikoeritrin Dan Aktivitas Inhibitor Tirosinase Dari Ekstrak Rumput Laut Merah. Jakarta: UIN Syarif Hidayatullah; 2019.
- [11] Kumala LYP. Penentuan Model Klasifikasi Dan Kandungan Fitokmia Ekstrak Metanol Daun Sambiloto (*Andrographis Paniculata*) Di Madura, Jember, Malang Menggunakan Metode Nir Dan Kemometrik. Universitas Jember; 2018
- [12] Munawar AA, Hasanuddin, Analisis Data Multivariat, Tim Syiah Kuala University Press; 2020.
- [13] Ghozali I. Aplikasi Analisis Multivariate Dengan Program IBM SPSS 25 (Edisi 9), Universitas Diponegoro; 2018.
- [14] Artanto FA, Fahlevi R, Rachmayani NA. Partial least square-structural equation modeling (pls-sem) pada hubungan kepuasan konsumen terhadap produk. 2021; 10(1): 43–54.
- [15] Liland KH, Mevik B-H, Wehrens R, Hiemstra P. Partial least squares and principal component regression. UTC; 2023.
- [16] Ginting LM, Sigiyo MM, Manurung ED, Sinurjat JJP. Perbandingan metode algoritma support vector regression dan multiple linear regression untuk memprediksi stok obat. Journal of Applied Technology and Informatics Indonesia, 2021; 1(2): 29–34.
- [17] Imanningsih, N. Pengaruh suhu ruang penyimpanan terhadap kualitas susu bubuk. *Agrointek*, 2014; 7(1): 1–5.
- [18] AOAC Internasional. Appendix f: guidelines for standard method performance requirements. *AOAC official Method of Analysis*, 2016: 9: 2–8.
- [19] Lakshmanan MK, Chinnu T, Arvamuthan G, Near-infrared reflectance spectroscopy based online moisture measurement in copra. *J. Food Process*, 2020; 43(3): 13383.
- [20] Wulandari L, Idroes R, Rinaldi TRN, Indrayanto G. Profiles of Drug Substances, Excipients, And Related Methodology. 2022 vol. 47, Elsevier Inc., p. 69.
- [21] Miller JN, Miller JC. Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry. Pearson Education; 2018.
- [22] Tiolina E, Rachbini W. Partial Least Squares (Teori dan Praktek). Tahta Media; 2022.
- [23] Zhang F, O'Donnell LJ. Support vector regression. in *Machine Learning*, Elsevier; 2020. pp. 123–140. Available from: doi: 10.1016/B978-0-12-815739-8.00007-9.