PENGUKURAN 1 KG *STAINLESS STEEL* STANDAR MASSA DI PUSLIT KIM LIPI DAN EVALUASI KETIDAKPASTIANNYA

Measurement of 1 Kg Stainless Steel Standard Mass in KIM LIPI Research Center and Evaluation Uncertainty

Renanta Hayu

Puslit KIM LIPI, Serpong
e-mail: renanta@kim.lipi.go.id

Diajukan: 2 Januari 2012, Dinilaikan: 4 Januari 2012, Diterima: 27 Februari 2012

Abstrak

Diseminasi nilai standar massa tertinggi yang dimiliki Puslit KIM LIPI yaitu 1 kg *stainless steel* nomor 112492 terhadap standar massa di bawahnya yaitu 1 kg *stainless steel* nomor 74 menjadi hal yang sangat penting dikarenakan nilainya digunakan sebagai acuan untuk mengalibrasi standar massa untuk kelas di bawahnya. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa variasi yang diperoleh lebih kecil dari perbedaan maksimumnya. Kebenaran hasil pengukuran divalidasi dengan membandingkan hasil pengukuran yang diperoleh terhadap nilai historikal sebelumnya dengan mempertimbangkan faktor ketidakstabilan standar massa nomor seri 74.

Kata kunci: diseminasi, standar massa, pengukuran

Abstract

Dissemination of Puslit KIM LIPI's 1 kg highest accuracy stainless steel mass standard serial.number 112492 to the value of 1 kg stainless steel mass standard serial number 74 is an important process because this value is used as a reference value for the calibration of lower accuracy mass standards. The results of a series of measurements show smaller variations than their maximum difference. The reliability of measurement results was validated by comparing previous historical values taking into account instability of mass standard serial number 74.

Keywords: *dissemination, mass standard, measurement*

1. PENDAHULUAN

Puslit KIM LIPI memiliki standar massa tertinggi yang merupakan acuan bagi standar massa maupun timbangan, baik yang dimiliki oleh laboratorium kalibrasi maupun industri. Standar massa tertinggi yang dimiliki Puslit KIM LIPI terbuat dari *stainless steel* dengan massa nominal 1 kg dan bernomor seri 112492. Standar massa tersebut didesiminasikan nilainya ke standar massa dibawahnya yang memiliki nomor seri 74. Standar massa dengan nomor seri 74 juga terbuat dari *stainless steel*.

Diseminasi nilai standar massa nomor 112492 ke standar massa nomor 74 menjadi hal yang sangat penting dalam pengukuran standar massa di Puslit KIM LIPI. Hal ini dikarenakan standar massa nomor 74 digunakan sebagai acuan untuk mengalibrasi standar massa untuk kelas dibawahnya, baik standar massa yang ada di Puslit KIM LIPI sendiri maupun yang ada di laboratorium kalibrasi dan industri.

Dalam mengalibrasi standar massa nomor 74 terhadap standar massa nomor 112492 faktor–faktor yang sangat mempengaruhi hasil pengukuran adalah *bouyancy* udara dan daya ulang pembacaan timbangan. Perbedaan ukuran kedua standar massa tersebut menyebabkan efek *buoyancy* yang besar, yang sedapat mungkin harus diminimalkan untuk mencapai ketidakpastian pengukuran yang diharapkan tidak lebih dari 45 µg.

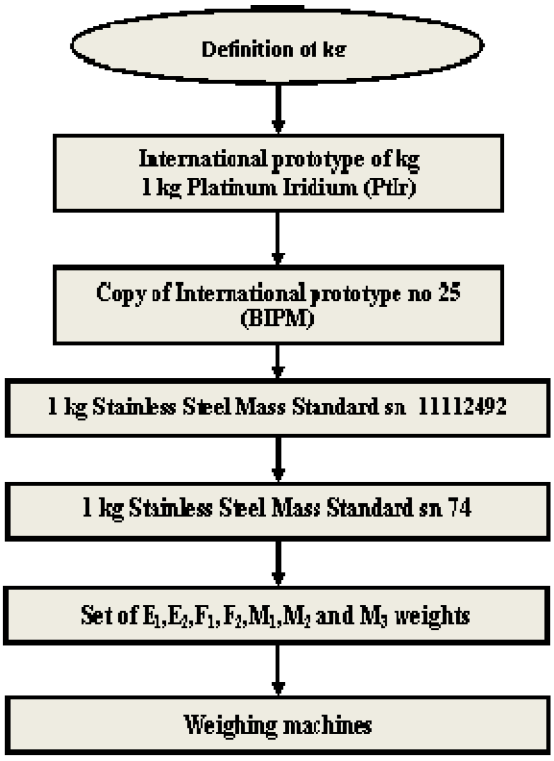
2. KETERTELUSURAN STANDAR MASSA DI PUSLIT KIM LIPI

Standar massa di Puslit KIM LIPI tertelusur ke SI melaui BIPM. Ketertelusuran standar massa di Puslit KIM LIPI dapat dilihat dalam diagram ketertelusuran pada Gambar 1.

Standar massa tertinggi yang dimiliki Puslit KIM LIPI merupakan standar massa yang terbuat dari *stainless steel* dengan massa nominal 1 kg dan nomor seri 112492. Standar massa ini tertelusur ke SI melalui BIPM dan dikalibrasikan terhadap salinan prototip kilogram

internasional nomor 25. Standar massa acuan ini digunakan untuk mengalibrasi standar massa nomor seri 74 yang digunakan sebagai standar kerja untuk mendiseminasikan nilai massa ke standar massa di bawahnya.

Ketidakpastian terbaik yang mampu dicapai Puslit KIM LIPI dalam mengalibrasi standar massa kelas E1 dengan massa nominal 1 kg terhadap standar massa nomor seri 74 adalah 60 µg. Oleh karena itu, dalam mengalibrasi standar massa nomor seri 74 Puslit KIM LIPI harus mampu mencapai ketidakpastian tidak lebih dari 45 µg. Untuk mencapai target ketidakpastian tersebut, diperlukan komparator massa yang memiliki resolusi ≤ 1 µg dengan daya ulang pembacaan maksimum 3 µg, untuk itu densitas udara laboratorium harus dijaga agar variasinya tidak lebih dari 250 ppm sehingga target ketidakpastian yang diinginkan dapat dicapai.



Gambar 1 Diagram Ketertelusuran Standar Massa

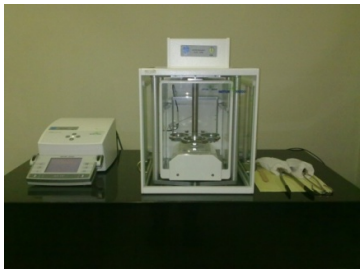
3. STANDAR MASSA ACUAN

1 kg standar massa dengan nomor seri 112492 berbentuk silinder, nilai massanya berdasarkan sertifikat yang dikeluarkan oleh BIPM[1] adalah 999.999795 g dengan ketidakpastian 0,028 mg pada tingkat kepercayaan 95 % dan faktor cakupan sama dengan 2. Standar massa nomor seri 112492 dan nomor seri 74 memiliki bentuk silinder, hanya saja ukuran tinggi dan diameternya berbeda.

Gambar 2 Standar Massa Nomor 112492 dan 74

4. KOMPARATOR MASSA

Komparator massa yang digunakan adalah timbangan tipe AX 1006 yang memiliki kapasitas 1011 g, dan resolusi 1 µg dengan standar deviasi tipikal 1,3 µg. Timbangan ini memiliki empat buah pan, yang dapat digerakkan secara otomatis, dimana pada saat pengukuran dilakukan operator tidak perlu membuka tutup *chamber*-nya sehingga kondisi suhu dan kelembaban relatif di dalam *chamber* timbangan dapat lebih stabil.



Gambar 3 Timbangan AX 1006

Dalam mengalibrasi standar massa, komparator massa yang digunakan tidak perlu dikalibrasi seperti halnya mengalibrasi timbangan elektronik, hal ini dikarenakan yang digunakan sebagai standar acuan adalah standar massa bukan komparator massa, sehingga koreksi dari penunjukkan komparator massa tidak diperlukan.

5. DENSITAS UDARA

Densitas udara ditentukan menggunakan satu set sistem pengukuran densitas udara. Parameter-parameter yang diperhitungkan dalam penentuan densitas udara adalah suhu,

kelembaban relatif dan tekanan udara. Alat ukur yang digunakan dalam mengukur parameter-parameter tersebut dapat dilihat secara rinci pada Tabel 1.

Tabel 1 Rincian Alat Ukur Untuk Menentukan Densitas Udara

Parameter	Manufacturer	Type	Range	Resolution	Uncertainty (k = 1)
Temperature	Meteolabor AG	KLA30/T4	(14~26) °C	0,001 °C	0,015 °C
Pressure	Meteolabor AG	KlA30/P35	(800~1100) hPa	0,01 hPa	0,02 hPa
Rel Humidity	Meteolabor AG	KLA30/DP	(20~80) %	0,01 %	0,05 %

Dalam menentukan densitas udara digunakan persamaan yang direkomendasikan oleh Komite Internasional Satuan Takaran dan Ukuran (CIPM) pada tahun 2007 yaitu[2][3] :

$$\rho = \frac{pM_a}{ZRT}\left[1 - x_v\left(1 - \frac{M_v}{M_a}\right)\right] \qquad (1)$$

P adalah tekanan udara, Pa

M_a adalah molar massa udara kering, g·mol^{-1}

Z adalah faktor compressibility

R adalah konstanta molar gas, J·mol^{-1}·K^{-1}

T adalah suhu thermodinamik, K

x_v adalah fraksi mol dari uap air

M_v adalah molar massa air, g·mol^{-1}

Kondisi laboratorium selama pengukuran dilakukan dapat dilihat dalam Tabel 2. Dimana dalam tabel tersebut dituliskan secara rinci kondisi minimum sampai maksimum untuk masing-masing parameter beserta ketidakpastiannya dalam faktor cakupan (k) = 1.

Tabel 2 Kondisi Laboratorium Selama Pengukuran

Temperature t/°C	Pressure p/hPa	Relative Humidity. % R.H.	x(CO_2) µmol/mol	Air Density ρ_a/kgm^{-3}
19,331 to 20,711 ± 0,031	1000,801 to 1004,912 ± 0,08	40,23 to 49,92 ± 0,21	0.00045 (*assumed value*)	1,18339 to 1,19186 ± 0,00029

6. METODA

Standar massa nomor seri 74 dikalibrasi dengan metoda perbandingan langsung terhadap standar massa nomor seri 112492 menggunakan penimbangan substitusi R,T,T,R dimana R adalah standar massa acuan sedangkan T merupakan standar massa yang akan diukur nilai massanya.

	Penunjukkan Timbangan	Perbedaan Penunjukkan	Rata-rata Perbedaan Penunjukkan, Δm
R	r_1		
		$k(r_2 - r_1)$	
T	r_2		
			$k(r_2 + r_3 - r_1 - r_2)/2$
T	r_3		
		$k(r_4 - r_3)$	
R	r_4		

Dari model tersebut, untuk menghitung besarnya massa sebuah standar massa , m_T, yang dikalibrasi terhadap standar massa acuan, m_R, dapat digunakan persamaan berikut:

$$m_T = m_R + \rho_{a1}(V_{T20} - V_{R20}) + \rho_{a1}(t_1 - 20)(V_{T20}\alpha_T - V_{R20}\alpha_R) - 1\text{kg.g}^{-1}\cdot\delta g/\delta h\,(h_T - h_R) + \Delta m - p \quad ....(2)$$

dimana :

ρ_{a1} adalah densitas udara pada saat kalibrasi, kg/m^3

V_{T20} adalah volume standar massa yang dikalibrasi pada suhu 20°C, cm^3

V_{R20} adalah volume standar massa acuan pada suhu 20°C, cm^3

t_1 adalah temperatur pada saat kalibrasi, $°C$

α_T adalah koefisien expansi thermal standar massa yang dikalibrasi, $/°C$

α_R adalah koefisien expansi thermal standar massa acuan, $/°C$

g adalah percepatan gravitasi bumi, m/s^2

h_T	adalah tinggi pusat massa standar massa yang dikalibrasi, mm
h_R	adalah tinggi pusat massa standar massa acuan, *mm*
Δm	adalah rata-rata perbedaan penunjukkan, *g*
p	adalah nilai massa dari beban tambahan yang ditambahkan pada standar massa T saat kalibrasi, *g*

7. ANALISIS KETIDAKPASTIAN

Faktor-faktor yang berpengaruh pada ketidakpastian hasil pengukuran dirangkum dalam Tabel 3. Masing-masing faktor tersebut dapat dijabarkan sebagai berikut :

7.1 Ketidakpastian Standar Massa Acuan

Besarnya ketidakpastian baku standar massa acuan:

$u_{mR} = U_{mR} / k$ (3)

di mana :

U_{mR} merupakan ketidakpastian standar massa acuan dan k merupakan faktor cakupan yang terdapat dalam sertifikat kalibrasi.

Dikarenakan standar massa nomor 112492, hanya memiliki satu nilai historikal, sehingga ketidakstabilan dari standar massa tersebut diestimasi, dalam hal ini digunakan distribusi rectangular maka :

$u_{inst} = U_{mR} / \sqrt{3}$ (4)

7.2 Ketidakpastian *Bouyancy* Udara

Terdiri dari ketidakpastian densitas udara dan ketidakpastian volume standar massa acuan serta volume standar massa yang dikalibrasi pada suhu 20°C.

7.2.1 Ketidakpastian Densitas Udara

Densitas udara laboratorium dimonitor selama pengukuran berlangsung, Variasi densitas udara laboratorium ,$u\rho_a$, adalah 0.00029 kg/m^3 (merupakan penjumlahan dari ketidakpastian persamaan CIPM (1), variasi suhu, kelembaban relatif dan tekanan udara) sehingga ketidakpastian baku densitas udara dapat ditentukan sebesar

$u\rho_a \bullet (\partial m_T/\partial \rho_a) = 0{,}2$ µg

7.2.2 Ketidakpastian Volume Standar Massa

Ketidakpastian volume standar acuan , $uV_{R20,}$ dan standar massa yang dikalibrasi, $uV_{T20,}$diperoleh dari sertifikat kalibrasinya, sehingga :

$uV_{R20} \bullet (\partial m_T/\partial V_{R20}) = 0{,}5$ µg

$uV_{T20} \bullet (\partial m_T/\partial V_{T20}) = 0{,}6$ µg

7.3 Ketidakpastian Variasi Suhu

Ketidakpastian suhu dalam chamber komparator massa,$u_{t,,}$, ditentukan dari resolusi dan ketidakpastian sensor suhu yang digunakan, serta variasi perubahan suhu selama pengukuran berlangsung, sehingga :

$ut \bullet (\partial m_T/\partial t) = 5{,}7 \times 10^{-5}$ µg

7.4 Ketidakpastian Koefisien Ekspansi Termal

Baik standar massa acuan maupun standar massa yang dikalibrasi keduanya terbuat dari *stainless steel,* sehingga masing-masing memiliki koefisien expansi termal sebesar 45 x 10^{-6} K^{-1} ,distrubusi yang digunakan adalah distribusi rektangular.

7.5 Ketidakpastian Koreksi Perbedaan Pusat Massa

Terdiri dari ketidakpastian percepatan gravitasi,u_g, dan ketidakpastian perbedaan pusat massa ,$u_{\Delta h}$

Koreksi dari perbedaan pusat massa, gr , dapat dituliskan :

$$g_r = -1\text{kg}.\frac{1}{g}\frac{\partial g}{\partial h}\Delta h \quad (5)$$

di mana :

g = percepatan gravitasi lokal sebesar 978,73797 cm/s^2

$\frac{\partial g}{\partial h}$ = vertical gradient of $g \approx 3 \times 10^{-6}/s^2$

Δh = ($h_T - h_R$) = perbedaan ketinggian antara standar massa acuan dan standar massa yang dikalibrasi

Maka :

$u_{gr}^2 = (\partial m_T/\partial g \bullet ug)^2 + (\partial m_T/\partial \Delta_h \bullet u_{\Delta h})^2$

7.6 Ketidakpastian Komparator Massa

Terdiri dari ketidakpastian daya baca, daya ulang pembacaan komparator massa serta *reproductibility* pengukuran

7.7 Ketidakpastian Massa Tambahan

Ukuran kedua standar massa berbeda, hal ini menyebabkan efek *bouyancy* yang besar, untuk memperkecil efek tersebut digunakan massa tambahan sebesar 100 mg yang diletakkan diatas standar massa yang dikalibrasi.

Ketidakpastian massa tambahan diperoleh dari sertifikat kalibrasinya.

Tabel 3 Budget Ketidakpastian

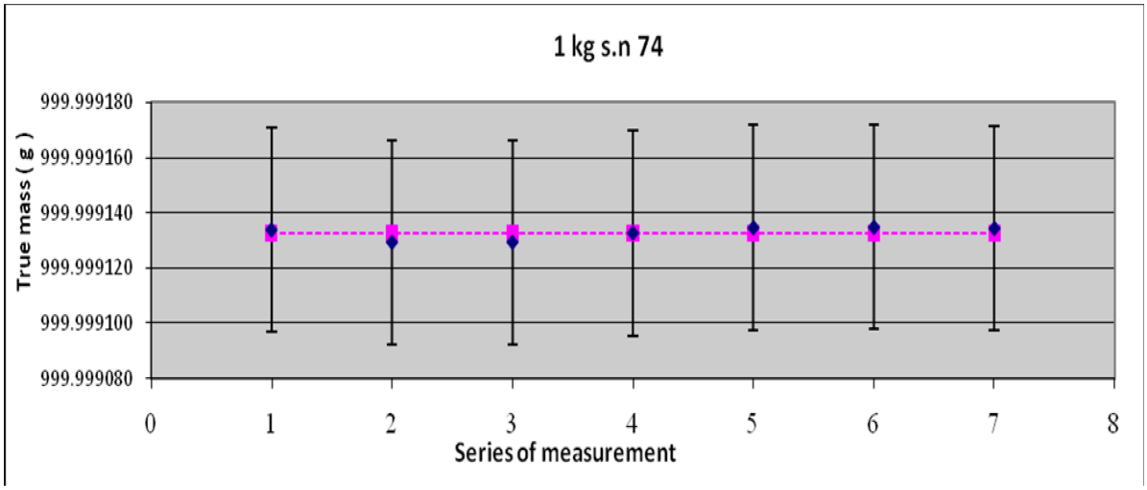
Uncertainty Components	Standard Uncertainty	Probability Distribution	Uncertainty Contribution (µg)
Mass of Reference Std.	0,014 mg	Normal	14
Instability of Reference Std.	0,016 mg	Rectangular	16
Air Density	0,00029 kg/m^3	Normal	0,2
Temperature	0.031 °C	Normal	1,1e-03
Volume of Reference Std.	0,0004 cm^3	Normal	0,5
Volume of Transfer Std.	0,0005 cm^3	Normal	0,6
Thermal expansion of Reference Std.	0,0000017 /°C	Rectangular	0,2
Thermal expansion of Transfer Std.	0,0000017 /°C	Rectangular	0,2
Gravity gradient	1e-8/s^2	Normal	7,5e-8
Different centre of mass	0.027 cm	Normal	8,5e-7
Resolution of balance	0,0004 mg	Rectangular	0,4
Repeatability of balance	0,0013 mg	Normal	1,3
Reproducibility	0,0009 mg	Normal	0,9
Poise weight	0,00075 mg	Normal	0,8
Combined uncertainty (u_c)			21
Effective degrees of freedom (ν_{eff})			332
Coverage factor, k, for CL 95 %			2,0
Expanded uncertainty, U = k· u_c			42

8. HASIL

Hasil pengukuran 1 kg *stainless steel* standar massa nomor seri 74 , dapat dilihat dalam Tabel 4. Dari hasil pengukuran tersebut, dapat ditentukan bahwa hasil pengukuran 1 kg *stainless steel* standar massa nomor seri 74 bervariasi sebesar 2,4 µg, dengan perbedaan maksimum sebesar 6 µg. Hasil pengukuran tersebut apabila digambarkan dalam grafik dapat dilihat pada Gambar 4.

Tabel 4 Hasil Pengukuran 1 kg s.n 74

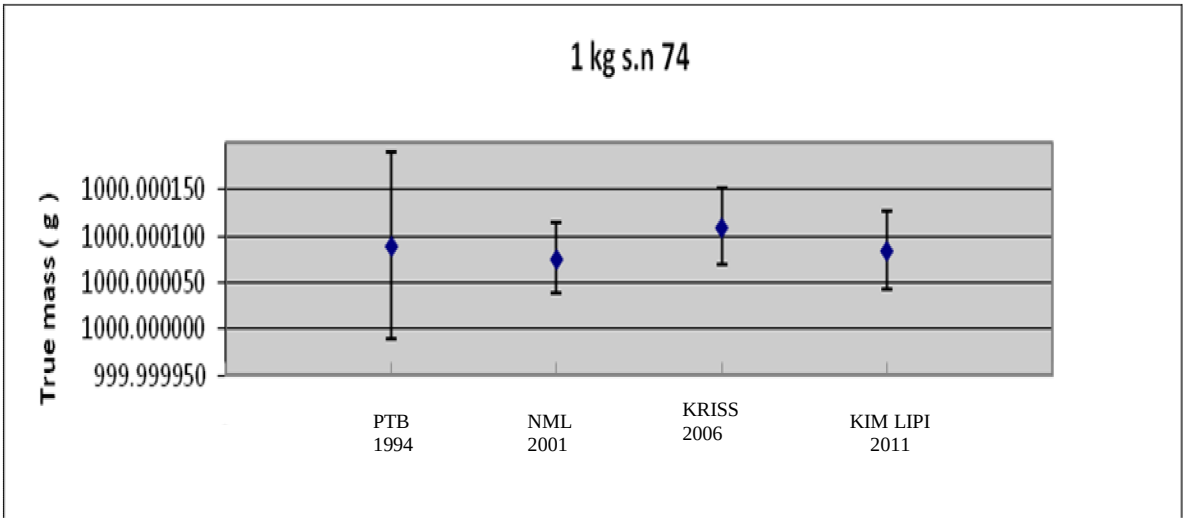
Series	1	2	3	4	5	6	7
True.mass (g)	999,999134	999,999129	999,999129	999,999133	999,999135	999,999135	999,999134
Unc.(g)	0,000042	0,000042	0,000042	0,000042	0,000042	0,000042	0,000042
Mean(g)	999,999133	999,999133	999,999133	999,999133	999,999133	999,999133	999,999133



Gambar 4 Grafik Hasil Pengukuran 1 kg s.n 74

9. VALIDASI METODA

Standar massa nomor seri 74 memiliki nilai massa dari hasil pengukuran sebelumnya yang dilakukan oleh beberapa lembaga metrologi nasional yaitu PTB (Jerman) pada tahun 1994, NML (Australia) pada tahun 2001dan KRISS (Korea) pada tahun 2006. Untuk memastikan bahwa hasil pengukuran yang dilakukan oleh Puslit KIM LIPI dapat dijamin kebenarannya, dilakukan validasi metoda dengan membandingkan hasil pengukuran yang dilakukan oleh Puslit KIM LIPI dengan hasil pengukuran sebelumnya yang dilakukan oleh beberapa lembaga metrologi nasional tersebut. Hasil pengukuran oleh lembaga metrologi nasional negara lain dengan hasil pengukuran yang dilakukan oleh Puslit KIM LIPI dapat dilihat dalam Gambar 5.



Gambar 5 Nilai Historikal Hasil Pengukuran Standar Massa 74

Dari nilai historikal tersebut dapat ditentukan bahwa standar massa nomor seri 74 memiliki ketidakstabilan sebesar 3,1 µg selama kurun waktu 5 tahun.

Validasi metoda yang digunakan adalah analisis *En number*. *En number* biasanya digunakan untuk mengevaluasi hasil pengukuran pada suatu program uji banding antar laboratorium kalibrasi, berdasarkan bilangan kesalahan yang dinormalisasi (*Error Normalized number*), hasil yang baik ditunjukkan apabila besarnya *En number* berada diantara angka -1 dan +1, persamaannya dapat dituliskan sebagai berikut :

$$E_n = \frac{(X_1 - X_2)}{\sqrt{(U^2{}_{X_1} + U^2{}_{X_2} + U^2{}_{instability})}} \qquad (6)$$

di mana :

X_1 : nilai hasil pengukuran oleh KIM LIPI

X_2 : nilai hasil pengukuran oleh negara lain

U_{X1} : ketidakpastian hasil pengukuran oleh KIM LIPI

U_{X2} : ketidakpastian hasil pengukuran oleh negara lain

$U_{instability}$: ketidakstabilan standar massa 74

Dari hasil analisis *En number*, hasil pengukuran yang dilakukan oleh Puslit KIM LIPI apabila dibandingkan dengan hasil pengukuran negara lain dengan mempertimbangkan faktor ketidakstabilan standar massa nomor seri 74, diperoleh bahwa hasilnya berada diantara angka -1 dan +1.

10. KESIMPULAN

- Hasil pengukuran 1 kg standar massa nomor seri 74 yang dilakukan oleh Puslit KIM LIPI sangat konsisten, hal ini dilihat dari varisi hasil pengukuran yang lebih kecil dari perbedaan maksimumnya.
- Validasi metoda yang dilakukan menunjukkan bahwa dari hasil analisis En number hasilnya berada diantara angka -1 dan +1, hal ini menunjukkan bahwa hasil pengukuran yang dilakuan oleh Puslit KIM LIPI dapat dijamin kebenarannya.
- Perlu digunakan prosesur pengendalian mutu proses pengukuran untuk mengevaluasi proses pengukuran yang dilakukan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada pimpinan Puslit KIM-LIPI dan jajaran manajemen yang telah menyediakan sarana dan prasarana untuk melaksanakan penelitian ini

DAFTAR PUSTAKA

Asia-Pacific Metrology Programme. (2008). *Protocol of APMP Pilot Study: Comparison of Platinum Iridium Mass Standard*, APPENDIX A,APMP.

BIPM *Calibration Certificate of Mass Standard no 85,2007.*

International Organization of Legal Metrology. (2004). *OIML R111-1,2004,Weight of Classes E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 and M3*, International Recommendation.

International Organization of Standardization. (1997). *ISO/IEC Guide 43, Proficiency Testing by Inter-laboratory Comparison.*

M.Kochsiek and M.Glaser. (2000). *Comprehensive Mass Metrology*, Wiley-VCH Verlag Berlin GmbH, Federal Republic of Germany.

Moris,E.C. and Kitty.F. (2004). *The Calibration of Weights and Balances, National Measurement Laboratory-CSIRO*. Sydney.

Picard, A. Davis,R.S.Glaser,M.Fujii,K. (2008). *Metrologia 45, Revised Formula For The Density of Moist Air*. p. 149-155, BIPM & IOP Publishing.Lt, UK.