

VERIFIKASI METODE STEP DAN KONTINYU UNTUK PENENTUAN KAPASITAS PANAS MENGGUNAKAN THERMAL ANALYZER

Aslina Br Ginting, Jan Setiawan, Sutri Indaryati

Abstract

In order to prove the method of experiment Differential Scanning Calorimeter equipment from Setaram was valid, it a research about verification of the Setaram method used ASTM method No E-399-402/1992, E-1269-1990 and used standard material Certificate Reference Material Sn, Pb,Zn, and Al. Analysis of heat capacity has been performed using step and continuous method in temperature range 30°C until 450°C with heating rate 3°C/minute. Result of analysis show that step and continuous method from Setaram was valid for analysis heat capacity of sample Pb, Zn, and Al because the deviation, precision and accuracy obtained can be accepted because the value is appropriate with ASTM, while analysis heat capacity of sample Sn hasn't valid because the deviation, precision and accuracy obtained is in appropriate with ASTM. From the result of heat capacity and than calculated uncertainty to understand the value of uncertainty experiment of heat capacity sample standard Sn, Pb, Zn dan Al are 9,273; 2,597; 4,54; 1,423 J/mol°C

Keywords: DSC, Certificate Reference Material, Validation Method

1. PENDAHULUAN

Salah satu peralatan pengujian yang ada di laboratorium Instalasi Radiometalurgi P2TBUD-BATAN yang telah mendapat akreditasi oleh Komite Akreditasi Nasional (KAN) adalah *Differential Scanning Calorimeter* (DSC'92) Merk SETARAM. Alat ini dapat digunakan untuk menentukan kapasitas panas ($C_p = J/mol^\circ C$) bahan logam, paduan logam, keramik dan polimer. Metode pengujian kapasitas panas menggunakan alat DSC selama ini dilakukan dengan menggunakan metode petunjuk operasi (*Manual Operation*) yang diberikan oleh fabrikasi SETARAM Perancis dengan penyimpangan pengukuran yang masih dapat diterima sebesar 10%^[1]. Sedangkan menurut sistem mutu SNI 19-17025-2005, laboratorium pengujian dalam mengoperasikan suatu peralatan harus menggunakan metode pengukuran yang sah berdasarkan parameter-parameter unjuk kerja yang memenuhi spesifikasi, operator yang kompeten dan alat yang terkalibrasi^[2] agar diperoleh hasil pengujian kapasitas panas yang benar, presisi dengan akurasi yang tinggi. Dalam melakukan validasi suatu metode pengujian maka prosedur yang digunakan harus dapat tertelusur ke satuan internasional dengan cara menggunakan CRM (*Certificate Reference Material*) atau ke bahan acuan yang bersertifikat. Untuk mengetahui bahwa metode uji yang diberikan oleh fabrikasi SETARAM telah sah maka dilakukan langkah verifikasi metode tersebut dengan menggunakan metode ASTM No E-399-402/1992 dan E-1269-1990 serta mengacu kepada bahan standar yang

bersertifikat yaitu Sn, Pb, Zn dan Al dengan kemurnian 99,999%^[3,4]. Hasil verifikasi metode tersebut dinyatakan sah bila mana telah memenuhi beberapa parameter antara lain parameter konfirmasi identitas, simpangan baku, daerah linearitas pengukuran, presisi, akurasi, ketidakpastian pengukuran dan *recovery*^[5]. Pada tulisan ini hanya dilakukan perhitungan terhadap empat parameter yaitu simpangan baku, presisi, dan akurasi seperti yang di peroleh dari besaran ASTM diatas dengan besaran masing-masing adalah standar deviasi 2,99, presisi 9,8 %, dan akurasi 98,2%^[6,7] serta besar ketidakpastian pengukuran kapasitas panas.

Dalam penentuan kapasitas panas dengan DSC'92 ada dua metode pengukuran yang digunakan oleh SETARAM yaitu metode step dan metode kontinyu. Perbedaan kedua metode tersebut terletak kepada prinsip pengoperasiannya. Pengoperasian metode step dilakukan dengan menetapkan suatu temperatur program yang meliputi, rentang pengukuran, jumlah step pengukuran (*number of step*), temperatur mula-mula (*initial temp*), temperatur akhir (*T.End*), waktu tunda (*delay*) untuk satu step, dan laju pemanasan. Sedangkan pengukuran metode kontinyu dilakukan dengan menetapkan suatu temperature program yang meliputi, rentang pengukuran, tempertur mula-mula (*Initial Temp*), temperatur akhir (*T.End*) dan laju pemanasan tanpa waktu tunda. Dalam pengoperasian baik untuk metode step dan kontinyu dilakukan dengan tiga langkah pengukuran dengan krusibel yang sama yaitu:

1. Pengukuran Blank-Blank yaitu pengukuran 2 buah krusibel kosong
2. Pengukuran Blank - Standar Al_2O_3 , yaitu pengukuran 1 buah krusibel kosong dan krusibel yang berisi sample standar Al_2O_3 yang terlebih dahulu telah diketahui nilai kapasitas panasnya dari sertifikat.
3. Pengukuran Blank-Sampel *Unknown*, yaitu pengukuran 1 buah krusibel kosong dan krusibel yang berisi sample *Unknown* yang belum diketahui nilai kapasitas panasnya.

Dari kedua metode diatas diharapkan diperoleh besaran kapasitas panas dari sample yang diukur adalah sama, karena dalam melakukan suatu pengujian, personel laboratorium dapat menggunakan metoda dan prosedur yang berbeda tetapi rentang nilai benar kapasitas panas tersebut berada didalam pengukuran tersebut.

Oleh karena itu pada pengujian ini akan dilakukan suatu pengukuran penentuan kapasitas panas bahan standar Sn, Pb, Zn dan Al menggunakan metode step dan metode kontinyu dengan 3x pengulangan pengukuran yang bertujuan untuk memverifikasi kedua metode tersebut. Hasil kapasitas panas yang diperoleh akan dibandingkan dengan kapasitas panas bahan standar yang bersertifikat^[4]. Data yang diperoleh dari hasil pengukuran akan dievaluasi untuk menentukan standar deviasi, besar penyimpangan (%) atau besar presisi dan akurasi dari pengukuran tersebut.^[8,9]

2. DASAR TEORI

Validasi Metode Pengujian adalah suatu proses untuk mengkonfirmasi bahwa suatu metode mempunyai unjuk kerja pengujian yang konsisten, sesuai dengan apa yang dikehendaki dalam penerapan metode tersebut. Dalam proses validasi metode penentuan parameter unjuk kerja metode dilakukan dengan menggunakan peralatan yang memenuhi spesifikasi, operator yang kompeten dan terkalibrasi secara memadai. Diperlukannya validasi metode dalam suatu pengujian karena hampir semua aspek dalam masyarakat menggunakan pengukuran secara analitik, biaya analisis yang sangat tinggi, dan terkadang pengambilan keputusan hasil yang salah sehingga hasil analisis yang diperoleh tidak dipercaya. Oleh karena itu dituntut kewajiban profesional dari seorang *Analytical Chemist* untuk meningkatkan kepercayaan masyarakat terhadap hasil analisis yang dilaporkan dan hasil analisis tersebut harus

menunjukkan kesesuaian dengan tujuan penggunaannya. Untuk memperoleh hasil analisis yang baik maka metode pengujian yang digunakan harus di validasi.

Suatu metode pengujian harus divalidasi apabila metode tersebut baru dikembangkan untuk suatu permasalahan yang khusus dan yang kedua adalah apabila metode yang selama ini sudah rutin digunakan dalam suatu laboratorium berubah presisi dan akurasi dengan waktu sehingga nilai benar dari analisis tersebut telah berubah. Beberapa cara yang dilakukan untuk melakukan validasi metode antara lain dengan membandingkan hasil pengukuran dari metode yang akan divalidasi dengan suatu metode lain menggunakan *Certificate Reference Material (CRM)* dan cara yang kedua adalah membandingkan metode yang akan di validasi terhadap metode lain yang sudah tervalidasi (misalnya: ASTM dan standard lainnya).

Beberapa prosedur yang dilakukan untuk memvalidasi suatu metode antara lain:

1. Konfirmasi identitas, untuk meyakinkan kepada analis kimia bahwa hasil pengukuran hanya berasal dari sample yang dianalisis bukan dari senyawa lain atau campuran sample dengan senyawa lain .
2. Limit deteksi dan Limit kuantisasi, Limit deteksi (LoD) adalah konsentrasi terendah yang masih dapat terdeteksi oleh suatu alat. Besar limit deteksi biasanya dinyatakan dengan nilai rata-rata blanko + 3 S, dimana S adalah standar deviasi (simpangan baku) dari blanko.

$$S^2 = \frac{\sum (x_1 - x_2)^2}{n - 1}$$

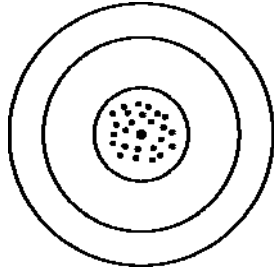
Sedangkan Limit kuantisasi (LoQ) biasanya disebut limit pelaporan adalah konsentrasi terendah yang dapat ditentukan dengan besar presisi dan akurasi yang dapat diterima. Besar limit kuantisasi biasanya dinyatakan dengan nilai rata-rata blanko +10 S.

3. Presisi dan Akurasi

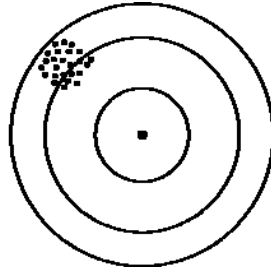
Presisi atau kecermatan menunjukkan besarnya fluktuasi dari hasil penentuan yang berulang kali (repeatability), sedangkan akurasi atau ketepatan menunjukkan seberapa jauh suatu analisis menyimpang dari harga sebenarnya (standar). Suatu metode dapat mempunyai kecermatan yang

tinggi (*reproducible*) tetapi diragukan ketepatannya, sebaliknya mungkin suatu metode mempunyai kecermatan kurang baik namun metode tersebut mempunyai

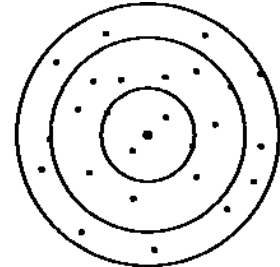
ketepatannya mendekati harga sebenarnya (*accurate*) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1 sampai 3.



Gambar 1
Akurasi tinggi; Presisi tinggi



Gambar 2
Akurasi rendah; Presisi tinggi



Gambar 3.
Akurasi tinggi; Presisi rendah

Titik titik yang terjadi pada Gambar 1 menyatakan bahwa data pengukuran yang diperoleh berdekatan dengan nilai standar, Gambar 2 menyatakan bahwa data pengukuran berjauhan dengan nilai standar sedangkan titik-titik pada Gambar 3 menyatakan data pengukuran menyebar pada rentang yang berjauhan.

4. Ketidakpastian pengukuran merupakan suatu parameter untuk menetapkan rentang pengukuran yang didalamnya diperkirakan ada nilai benar yang diukur. Ketidakpastian suatu pengukuran sangat penting diketahui oleh semua pihak yang bekerja di laboratorium terutama dalam pengolahan data untuk mengetahui apakah hasil yang diperoleh berada dalam rentang pengukuran yang diterima atau ditolak.

3. CARA KERJA

Analisis kapasitas panas dengan metode step untuk satu sample standar dilakukan dengan tiga langkah pengukuran dengan cara mengukur krusibel blank-blank, blank standar Al_2O_3 dan blank-sampel Sn (Tin) seberat 120 mg. Krusibel blank-blank dimasukkan kedalam tungku pemanas DSC, kemudian dialiri dengan gas Argon dengan laju alir 1 mbar/detik. *Krusibel blank-blank* dipanaskan di dalam tungku DSC dari temperatur $30^{\circ}C$ hingga $200^{\circ}C$ dengan laju pemanasan $3^{\circ}C$ /menit dan waktu tunda selama 600 detik. Setelah dilakukan pemanasan terhadap *blank-blank* kemudian dilakukan pemanasan lanjut terhadap *krusibel blank-standar* Al_2O_3 dan blank-sampel Sn (Tin). Hasil dari ketiga pengukuran blank-blank, blank-std

Al_2O_3 dan blank sampel Sn (Tin) kemudian dievaluasi sehingga diperoleh besaran aliran panas yang menyatakan besarnya panas yang diserap sampel Sn (Tin) atau kapasitas panas sample Sn (Tin) sebagai fungsi temperatur. Hal yang sama dilakukan terhadap sampel Pb, Zn, dan Al dengan masing-masing temperatur pemanasan secara berurutan $300^{\circ}C$, $405^{\circ}C$, dan $450^{\circ}C$. Dengan menggunakan temperatur program dengan sample yang sama juga dilakukan pengujian kapasitas panas dengan menggunakan metode kontinyu tanpa waktu tunda. Pengukuran kapasitas panas dilakukan dengan 3 kali pengulangan, kemudian dievaluasi untuk mengetahui besarnya penyimpangan pengukuran yang dibandingkan dengan kapasitas panas dari sertifikat.

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis kapasitas panas sampel standar Sn, Pb, Zn, dan Al dengan 3 (tiga) kali pengulangan menggunakan metode step dan kontinyu dituangkan pada Tabel 1 sampai dengan Tabel 4. Besarnya kapasitas panas yang diperoleh masing-masing sample standar dibandingkan terhadap kapasitas panas dari sertifikat. Untuk mengetahui kesalahan metode yang digunakan kemudian dihitung besar standar deviasi, presisi, akurasi dan ketidakpastian pengukuran masing-masing pengukuran kapasitas panas sample diatas. Hasil analisis kapasitas panas sample Sn menunjukkan bahwa baik dengan menggunakan metode step maupun metode kontinyu tidak memenuhi kepada besaran ASTM dan SETARAM, karena besarnya penyimpangan yang diperoleh dari kedua metode tersebut masing-

masing 16,023% dan 14,349% jauh lebih besar dari 9,8% dari ASTM dan 10% dari Setaram. Demikian juga terhadap besar akurasi yang diperoleh dari pengukuran masing-masing metode 98,153% dan 95,567% lebih kecil dibanding besar akurasi 98,2% dari ASTM dengan ketidakpastian pengukuran 9,273 J/mol°C. Dari hasil analisis ini dapat dinyatakan bahwa alat DSC untuk penentuan kapasitas sample Sn dengan menggunakan metode Setaram maupun metode ASTM tidak kualified karena mempunyai

kecermatan dan ketepatan pengukuran yang kurang baik. Hal ini mungkin disebabkan karena umur alat yang sudah tua sehingga tidak tepat digunakan untuk pengukuran pada temperature rendah 30°C hingga 200°C dengan laju pemanasan 3°C/menit. Untuk memperoleh hasil yang lebih baik mungkin selanjutnya metode ini dapat dikembangkan dengan mengubah laju pemanasan 1°C/menit dengan waktu tunda tertentu.

Tabel 1 Kapasitas Panas (Cp) Standar Sn

Temp (°C)	Cp Sertifikat (J/mol°C)	Cp Rata-rata (x)		(xi-x) ²	
		Step	Kontinyu	Step	Kontinyu
35,15	21,92	19,68	19,75	5,00	4,70
48,46	22,19	19,80	20,15	5,70	4,15
63,52	22,49	19,98	21,72	6,30	0,59
78,56	22,79	20,14	21,95	7,04	0,71
93,68	23,10	22,81	22,05	0,08	1,10
107,72	23,38	24,22	22,24	0,70	1,30
123,88	23,71	24,17	22,61	0,21	1,20
138,97	24,01	23,79	22,07	0,05	3,77
153,9	24,31	24,30	22,82	0,00	2,2
168,98	24,62	25,42	23,5	0,65	1,25
184,02	25,09	25,96	24,88	0,76	0,04
199,16	25,23	26,15	25,1	0,86	0,02
214,23	25,53	26,23	25,85	0,50	0,10
$\sum(xi-x)^2$				27,85	21,16
SD				3,73	3,25
Presisi (%)				16,023	14,349
Akurasi (%)				98,153	95,567

Penentuan kapasitas panas sample Pb menggunakan metode step maupun metode kontinyu telah diperoleh hasil bahwa kedua metode tersebut mempunyai presisi dan akurasi yang tinggi dan memenuhi ASTM maupun Setaram seperti yang dituangkan pada Tabel-2 dengan ketidakpastian pengukuran sebesar 2,505 J/mol°C. Sedangkan penentuan kapasitas panas sample Zn menggunakan metode step maupun metode kontinyu telah diperoleh hasil bahwa kedua metode tersebut mempunyai presisi yang kurang cermat, karena mempunyai besar presisi masing-masing sebesar 10,759% dan 10,592% yang berada sedikit diatas besaran presisi yang ditetapkan oleh ASTM maupun

Setaram. Namun demikian besaran akurasi dari kedua metode tersebut memenuhi besaran ASTM maupun Setaram seperti yang dituangkan pada Tabel 3. Hal ini mungkin disebabkan beberapa kesalahan dalam preparasi sample dan pengoperasian alat. Antara lain kurangnya jumlah pengulangan pengukuran, kesalahan pengamatan dalam penimbangan serta kesalahan

ketepatan dalam meletakkan krusibel diatas *chamber* DSC. Namun karena hasil pengukuran dengan menggunakan kedua metode tersebut mempunyai besaran SD dan akurasi yang sesuai dengan ASTM maupun dari Setaram sehingga hasil analisis kapasitas panas dengan kedua

metode tersebut dapat diterima dengan ketidakpastian pengukuran sebesar 4,54 J/mol°C.

Analisis kapasitas panas sample Al menggunakan metode step maupun metode kontinyu telah diperoleh hasil bahwa kedua metode tersebut mempunyai presisi dan akurasi yang memenuhi ASTM maupun Setaram seperti yang dituangkan pada Tabel 4. Sehingga dapat dinyatakan bahwa kedua metode tersebut

dinyatakan sah untuk penentuan kapasitas panas sample Al dengan ketidakpastian pengukuran sebesar 1,423 J/mol°C seperti yang terlihat pada Tabel 5.

Tabel 2 Kapasitas Panas (Cp) Standar Pb

Temp (°C)	Cp Sertifikat (J/mol°C)	Cp (J/g°C) Rata-rata(x)		(xi-x) ²	
		Metode Step	Metode Kontinyu	Metode Step	Metode Kontinyu
35,15	24,53	23,140	23,65	1,938	0,778
48,46	24,65	23,740	23,16	0,819	2,205
63,52	24,77	23,200	23,65	2,474	1,261
78,56	24,90	24,430	23,76	0,221	1,300
93,68	25,03	24,730	23,85	0,089	1,388
107,72	25,15	24,990	24,36	0,025	0,621
123,88	25,29	25,380	24,65	0,009	0,403
138,97	25,41	25,740	25,16	0,107	0,064
153,9	25,54	25,790	25,65	0,063	0,012
168,98	25,67	25,420	25,66	0,061	0,000
184,02	25,80	25,610	25,76	0,034	0,001
199,16	25,92	25,780	25,87	0,020	0,003
214,23	26,05	25,710	25,92	0,116	0,017
229,07	26,18	25,310	25,98	0,752	0,039
244,24	26,31	25,520	26,32	0,618	0,000
259,32	26,43	25,760	26,68	0,449	0,063
274,41	26,56	26,420	26,52	0,020	0,002
289,48	26,70	26,290	26,74	0,166	0,002
$\Sigma(xi-x)^2$				7,981	8,158
SD				1,998	2,020
Presisi (%)				7,938	8,019
Akurasi (%)				98,283	98,365

Tabel 3 Kapasitas Panas (Cp) Standar Zn

Temp (oC)	Cp Sertifikat (J/mol°C)	Cp (J/mol°C) Rata-rata (x)		(xi-x) ²	
		Metode Step	Metode Kontinyu	Metode Step	Metode Kontinyu
35,150	22,45	20,53	20,08	3,686	5,617
48,460	22,60	20,75	21,12	3,422	2,190
63,520	22,77	20,89	21,74	3,534	1,061
78,560	22,94	21,73	21,88	1,466	1,126

Temp (oC)	Cp Sertifikat (J/mol°C)	Cp (J/mol°C) Rata-rata (x)		(xi-x) ²	
		Metode Step	Metode Kontinyu	Metode Step	Metode Kontinyu
93,680	23,11	22,82	22,98	0,085	0,017
107,720	23,27	22,97	23,02	0,091	0,064
123,880	23,46	23,68	23,50	0,051	0,002
138,970	23,63	23,85	23,82	0,050	0,037
153,900	23,80	23,57	23,87	0,050	0,006
168,980	23,97	23,90	23,99	0,004	0,0006
184,020	24,14	24,68	24,25	0,296	0,013
199,160	24,31	24,81	24,32	0,252	0,0001
214,230	24,48	24,88	24,45	0,160	0,0009
229,070	24,65	24,98	24,65	0,110	4E-06
244,240	24,82	25,13	25,03	0,096	0,044
259,320	24,99	25,28	25,12	0,084	0,017
274,410	25,16	25,32	25,17	0,025	8,1E-05
289,480	25,33	25,06	26,05	0,074	0,515
304,570	25,50	25,35	26,14	0,023	0,406
319,680	25,68	25,68	26,14	2,5E-05	0,216
334,680	25,85	25,75	26,25	0,009	0,164
349,810	26,02	26,12	26,37	0,011	0,124
364,950	26,19	26,31	26,31	0,015	0,0149
379,950	26,36	26,45	26,47	0,008	0,0121
395,040	26,53	26,76	25,78	0,053	0,5625
$\sum(x-x)^2$				13,658	12,211
SD				2,613	2,471
Presisi (%)				10,759	10,592
Akurasi (%)				99,227	99,431

Tabel 4 Kapasitas Panas (Cp) Standar AI

Temp (oC)	Cp Sertifikat (J/mol°C)	Cp (J/mol°C) Rerata (x)		(xi-x) ²	
		Metode Step	Metode Kontinyu	Metode Step	Metode Kontinyu
35,68	20,643	19,76	18,27	0,780	5,631
54,75	20,9	19,79	20,86	1,232	0,001
75,1	21,176	21,34	21,58	0,027	0,163
95,31	21,449	21,65	21,63	0,040	0,033
115,48	21,722	21,89	21,66	0,028	0,003
135,61	21,994	22,48	22,35	0,236	0,126
155,8	22,267	22,94	22,85	0,453	0,339
175,9	22,539	23,01	23,3	0,222	0,579
196,07	22,812	23,14	23,98	0,107	1,364
216,21	23,084	23,47	23,27	0,149	0,035

Temp (oC)	Cp Sertifikat (J/mol°C)	Cp (J/mol°C) Rerata (x)		(xi-x) ²	
		Metode Step	Metode Kontinyu	Metode Step	Metode Kontinyu
236,33	23,356	23,6	23,45	0,059	0,0088
256,43	23,628	23,63	23,56	4E-06	0,005
276,57	23,9	24,29	24,16	0,152	0,067
296,71	24,172	24,45	24,29	0,077	0,014
316,79	24,444	24,6	24,9	0,024	0,208
336,9	24,716	24,89	25,06	0,030	0,118
357	24,988	25,15	25,31	0,026	0,104
377,09	25,26	25,23	25,66	0,0009	0,160
397,14	25,531	25,67	25,65	0,019	0,014
417,23	25,803	25,78	25,73	0,0005	0,005
437,31	26,074	26,77	26,17	0,484	0,009
$\sum(xi-x)^2$				4,1498	8,990
SD				1,440	2,120
Presisi (%)				6,129	9,019
Akurasi (%)				99,994	99,765

4.1 Perhitungan Ketidakpastian Pengukuran

Setelah diketahui besaran SD, presisi dan akurasi dari masing masing pengukuran sample Sn, Pb, Zn dan Al kemudian dihitung besar ketidakpastian pengukuran masing-masing pengukuran dengan cara terlihat di Gambar 4.

Setelah dibuat gambar *Fish Bond*, pengukuran kemudian dihitung ketidakpastian dari masing masing faktor yang mempengaruhi pengukuran kapasitas panas tersebut.

A. Kemurnian standar Al

Kemurnian standar Al

Kemurnian sampel standar Al dari sertifikat $99,99 \pm 0,01\%$. μ Baku $0,0001/\sqrt{3} = 0,000058$

B. Penimbangan

Linearitas Timbangan. Sertifikat Kalibrasi Timbangan Merk Metler Tolloedo (R.127) yang dikalibrasi pada bulan Juli 2005 oleh KIM LIPI mempunyai skala ketidakpastian sebesar ± 0.02 mg dengan derajat kepercayaan = 95 %

Maka ketidakpastian penimbangan:

$$\mu = \frac{0.02}{1.96} = 0.0102 \text{ mg}$$

Ketidakpastian penimbangan diatas harus dikalikan 3 x karena penimbangan dilakukan 3x yaitu penimbangan W krusibel kosong, penim-

banagan W krusibel + Al₂O₃ dan penimbangan W krusibel + sampel Al

Maka μ (penimbangan) = $3 \times 0,0102$ mg

C. Presisi

Ketidakpastian ini berasal dari penimbangan yang berulang kali. Penimbangan berulang kali memberikan simpangan baku sebesar 0,06 mg

Maka ketidakpastian presisi, $s = 0,06$ mg.

Setelah dilakukan penimbangan kemudian dihitung:

$$\mu \text{ penimbangan} = \sqrt{3x(\text{timbangan})^2 + (\text{presisi})^2}$$

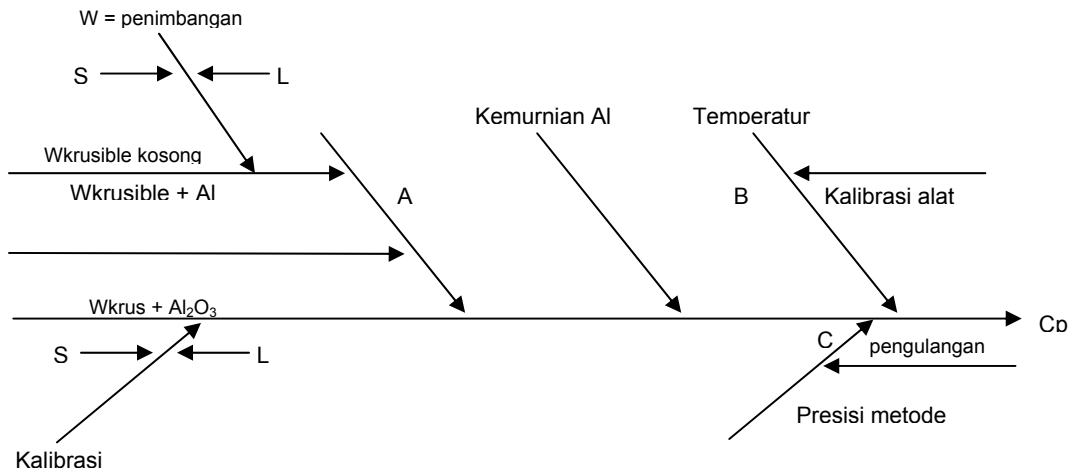
$$\mu MA1 = \sqrt{3x(0.012)^2 + (0.06)^2}$$

$$\mu MA1 = 3.7802 \times 10^{-3} \text{ mg}$$

D. Kalibrasi Termocopel Alat DSC

Sertifikat kalibrasi Termocopel untuk alat DSC dari SETARAM^[4] sebesar μ (Temperatur) $\pm 0.1^\circ\text{C}$, maka ketidakpastian baku temperatur termokopel tersebut sebesar $= 0.1/\sqrt{3} = 0.057^\circ\text{C}$. Jadi μ (Temperatur) = 0.057°C

Dalam perhitungan ketidakpastian maka seluruh komponen harus mempunyai satuan yang sama seperti yang terlihat pada Tabel 5.



Gambar 4 Fish Bond Pengukuran Kapasitas Panas (Cp)

Tabel 5 Mengubah Komponen Ketidakpastian Menjadi Satuan yang Sama

No	Asal	Nilai (x)	satuan	μ (x)	satuan	μ (x/x)
a	Kemurnian Al	0,9999	%	0,000058	%	0,000058
b	Penimbangan	0,120	gr	$3,78 \times 10^{-3}$	gr	0,0315
c	Kalibrasi TC Alat	660	°C	0,057	°C	$8,636 \times 10^{-4}$

Hitung Ketidakpastian Baku Gabungan dari semua tahap langkah pengujian. Ketidakpastian Baku Gabungan $\mu(G)$ Tanpa presisi pengamatan.

$$\frac{\mu_{Cp}}{Cp_{Al}} = \sqrt{\left[\frac{\mu(\text{kemurnian Al})^2}{\text{kemurnian Al}}\right] + \left[\frac{\mu(\text{penimbangan})^2}{\text{penimbangan}}\right] + \left[\frac{\mu(\text{temp})^2}{\text{temperatur}}\right]}$$

$$= \sqrt{(0,00058)^2 + (0,0315)^2 + (8,636 \times 10^{-4})^2}$$

$$= 1,051 \times 10^{-3}$$

Dari pengukuran kapasitas panas Al (metode step) dengan 3x pengulangan diperoleh SD = $1,440/3 = 0,48$

$$\mu_{Cp + \text{presisi}} = \sqrt{(0,0247)^2 + (0,048)^2}$$

$$= 0,4806$$

Ketidakpastian Diperluas Dari Penentuan Cp std kawat Al

Sehingga:

$$Cp(Al) = k \times \{\mu(Cp)\}$$

$$\mu(Cp Al) = 2 \times \mu(Cp)$$

$$= 2 \times 0,4806 = 0,9612 \text{ J/mol } ^\circ\text{C}$$

Pelaporan Hasil Nilai Kapasitas Panas Std Al

$$Cp(Al) = 23,501 \pm 0,9612 \text{ J/mol } ^\circ\text{C}$$

Dengan cara perhitungan yang sama maka diperoleh besar ketidakpastian pengukuran masing masing pengukuran sample Sn,Pb,Zn dan Al seperti yang terlihat pada Tabel-6.

Tabel 6 Besar Ketidakpastian Pengukuran Standar Sn, Pb, Zn dan Al

Standar	SD		Presisi (%)		Akurasi (%)		Ketdkpastian Pengukuran
	Step	Kontinyu	Step	Kontinyu	Step	Kontinyu	
ASTM	2,99		9,8		98,2		
Sn	3,73	3,25	16,023	14,349	98,153	95,567	9,273
Pb	1,998	2,020	7,938	8,019	98,283	98,365	2,507
Zn	2,613	2,471	10,758	10,592	99,227	99,431	4,544
Al	1,440	2,120	6,129	9,019	99,994	99,765	1,423

5. KESIMPULAN

Dari hasil analisis kapasitas panas sample standar Sn, Pb, Zn dan Al dapat disimpulkan bahwa metode step dan metode kontinyu dari Setaram telah sah untuk pengukuran standar Pb, Zn dan Al, karena besaran standar deviasi, presisi dan akurasi hasil pengukuran telah memenuhi besaran yang ditunjukkan ASTM. Sedangkan kedua metode tersebut untuk analisis kapasitas panas standar Sn belum sah karena besaran standar deviasi, presisi dan akurasi hasil pengukuran tidak memenuhi besaran yang ditunjukkan ASTM. Hal ini mungkin disebabkan karena umur alat yang sudah tua sehingga tidak tepat digunakan untuk pengukuran pada temperature rendah 30°C hingga 200°C dengan laju pemanasan 3°C/menit. Untuk memperoleh hasil yang lebih baik mungkin selanjutnya metode ini dapat dikembangkan dengan mengubah laju pemanasan 1°C/menit.

- PERRY H. ROBERT. 1984, *Chemical Engineers Handbook*, Sixth edition - McGraw Hill
- SIGMA ALDRICH. April 2002, *Certificate of Analysis In, Sn, Pb, Zn and Al Wire 99,999%*, Aldrich Chemical Company, Saint Louis USA
- ASTM. 1992, *Annual Book of ASTM Standards*, USA, Vol,14,02, page 399-402
- ASTM. 1990, *Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity By DSC*, Volume -3, E-1269-1990
- ROBERT L, ANDERSON. 1987, *Practical Statistics for Analytical Chemists*, Van Nostrand Reinhold Company, New York
- NEIL T.CROSBY, JOHN A. DAY, *Quality in the Analytical Chemistry Laboratory Published on behalf of University of Greenwich*, New York

DAFTAR PUSTAKA

- SETARAM. 1992, *Manual Operation Differential Thermal Analysis Type CS'92*, Setaram Franc
- SNI 19-17025-2000. 2002, Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi, Badan Standardisasi Nasional.
- JULIA KANTASUBRATA, Diktat Validasi Metode dan Ketidakpastian Pengukuran, Pelatihan Manajemen Mutu Laboratorium ISO 17025, P2TBDU –BATAN –Serpong.

BIODATA

Aslina Br Ginting. Penulis adalah peneliti Madya Bidang Teknik Kimia pada Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, Badan Tenaga Nuklir Nasional

Jan Setiawan. Penulis adalah Peneliti pada Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, Badan Tenaga Nuklir Nasional

Sutri Indaryati Penulis adalah Peneliti pada Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, Badan Tenaga Nuklir Nasional