
**KETIDAKPASTIAN PENGUKURAN:
EVALUASI, SUMBER-SUMBER DAN KONTRIBUSINYA DALAM PEMBUATAN
BAHAN ACUAN CAMPURAN GAS (N₂O DALAM Matriks N₂) SECARA
GRAVIMETRI**

***Measurement Uncertainty: Evaluation, Sources and Their Contribution in The
Gravimetric Preparation of Gas Reference Material (N₂O in N₂ Matrix)***

Muhammad Rizky Mulyana, Harry Budiman, Oman Zuas, dan Nur Tjahyo Eka Darmayanti

Pusat Penelitian Metrologi, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI)
Kawasan PUSPIPTEK Serpong, 15314, Banten, Indonesia
e-mail: mulyanarizky3003@gmail.com

Diterima: 19 Januari 2018, Direvisi: 26 Maret 2018, Disetujui: 29 Maret 2018

Abstrak

Gas dinitrogen monoksida (N₂O) merupakan salah satu komponen gas rumah kaca dengan konsentrasi atmosferik yang terus meningkat setiap tahun, sehingga dibutuhkan upaya mitigasi yang didukung dengan metode pengukuran yang tervalidasi. Berdasarkan ISO/IEC 17025, metode pengukuran harus divalidasi unjuk kerjanya menggunakan bahan acuan yang memenuhi persyaratan, salah satunya yaitu memiliki nilai konsentrasi yang tersertifikasi beserta ketidakpastiannya. Di Indonesia, beberapa perusahaan gas *specialty* telah memulai upaya memproduksi bahan acuan gas sendiri untuk memenuhi kebutuhan dalam negeri. Untuk mendukung upaya tersebut, dalam studi ini akan dibahas secara rinci sumber-sumber ketidakpastian bahan acuan gas N₂O dan kontribusi dari masing-masing sumber, hingga diperoleh nilai ketidakpastian akhir melalui prosedur estimasi yang akurat dan dapat diterima secara internasional berdasarkan ISO 6142. Nilai ketidakpastian diestimasi berdasarkan eksperimen aktual pembuatan 5 buah bahan acuan gas N₂O dengan konsentrasi yang berbeda secara gravimetrik. Hasil ketidakpastian akhir untuk bahan acuan gas AH06018, AH06023, AH06021, AH06010, AH06020 berturut – turut adalah 2.528%, 3.490%, 4.215%, 4.785%, 5.292%. Adapun sumber ketidakpastian terbesar berasal dari fraksi mol komponen dalam *parent gas*, yang kontribusinya meningkat seiring bertambahnya pengenceran. Sementara itu, kontribusi ketidakpastian dari massa gas yang ditransfer mengalami penurunan dengan semakin rendahnya konsentrasi N₂O. Berdasarkan hasil tersebut, disimpulkan bahwa nilai ketidakpastian konsentrasi bahan acuan meningkat seiring bertambahnya pengenceran, dan sumber ketidakpastian yang memberikan kontribusi terbesar adalah fraksi mol komponen dalam *parent gas*. Diharapkan hasil studi ini dapat menjadi acuan bagi produsen bahan acuan gas lokal dalam mengestimasi ketidakpastian secara tepat, serta meminimalkan kontribusi sumber-sumber ketidakpastian yang telah dibahas secara rinci.

Kata kunci: estimasi ketidakpastian, bahan acuan gas, dinitrogen monoksida.

Abstract

Nitrous oxide (N₂O) gas is one of the greenhouse gas components and its atmospheric concentration is increasing annually, implying that a mitigation effort is highly required. In such mitigation, the use of a validated measurement method is also needed. According to SNI ISO/IEC 17025, a measurement method should be validated by using reference materials having a certified concentration value along with its uncertainty. In Indonesia, some specialty gas companies have started to produce their own gas reference materials (GRM) for domestic needs. In this study, the uncertainty sources for N₂O gas reference materials and their contribution will be discussed in detail by an accurate estimation procedure which is internationally acceptable according to ISO 6142. Uncertainty value was estimated based on actual experiment of the preparation for five N₂O gas reference materials with different gravimetric concentrations. The final uncertainty results for gas reference materials AH06018, AH06023, AH06021, AH06010, AH06020 were found to be 2.528%, 3.490%, 4.215%, 4.785%, 5.292%, respectively. The biggest uncertainty source was originated from the mole fraction of parent gas components and its value increased by increasing the number of dilution steps. Meanwhile, uncertainty contribution from the mass of transferred gas was found to be decreased by decreasing the N₂O concentration. In conclusion, it is expected that the result of this study can be used as a reference for local GRM producers to accurately estimate the uncertainty, and to minimize the contribution of uncertainty sources.

Keywords: uncertainty estimation, gas reference materials, nitrous oxide.

1. PENDAHULUAN

Saat ini, dinitrogen monoksida (N_2O) telah dilaporkan sebagai salah satu komponen penting gas rumah kaca karena memiliki nilai *Global Warming Potential* (GWP) yang mencapai 298 kali lebih tinggi dari nilai GWP untuk CO_2 dan diperkirakan dapat bertahan selama 114 tahun di atmosfer (Ermolaev, 2015; Kurniawan, 2015; Rapson & Dacres, 2014). Keberadaan gas N_2O di atmosfer berperan dalam penipisan lapisan ozon (Zhang dkk, 2013). Secara global, hingga saat ini konsentrasi gas N_2O di atmosfer menunjukkan pola yang terus meningkat dari tahun ke tahun (Anderson dkk, 2010). Di Indonesia, Badan Meteorologi, Klimatologi dan Geofisika (BMKG) mengeluarkan data hasil pengamatan dari Stasiun Pengamatan Atmosfer Bukit Kototabang yang menunjukkan bahwa konsentrasi N_2O meningkat dari 319.1 nmol/mol (setara dengan *part per billion/ppb*) pada tahun 2004 menjadi 323.1 nmol/mol pada tahun 2009 (Nahas dkk, 2010), kemudian mencapai konsentrasi 326.56 nmol/mol pada bulan Mei 2014 (Kurniawan, 2015).

Untuk mengatasi masalah yang ditimbulkan oleh gas N_2O di atmosfer, terutama di Indonesia, dibutuhkan suatu upaya pemantauan dan mitigasi yang didukung dengan adanya metode pengukuran gas rumah kaca N_2O yang tepat dan akurat (Vardag dkk, 2014, Yuesi & Yinghong, 2003). Hingga saat ini, terdapat beberapa metode analitik yang telah diketahui mampu mengukur N_2O dengan konsentrasi rendah sampai tingkat nmol/mol seperti analyzer fotoakustik infra-merah, analyzer gas infra-merah, kromatografi gas dengan detektor penangkap elektron, kromatografi gas dengan spektroskopi massa (Akdeniz dkk, 2009), *cavity ring down spectroscopy*, biosensor amferometrik (Rapson & Dacre, 2014), serta infra-merah *Fourier transform* (Vardag dkk, 2014). Namun sebelum metode analitik diaplikasikan secara rutin, laboratorium pengujian harus melakukan validasi berdasarkan SNI ISO/IEC 17025 untuk mengetahui unjuk kerja metode tersebut (BSN, 2008).

Salah satu cara untuk memvalidasi unjuk kerja metode analitik adalah dengan melakukan kalibrasi alat ukur secara benar menggunakan standar atau bahan acuan yang tertelusur (BSN, 2008). Bahan acuan untuk kalibrasi ini harus memenuhi beberapa syarat, salah satunya yaitu mencantumkan konsentrasi beserta ketidakpastiannya dalam sertifikat (ISO, 2002). Nilai ketidakpastian yang tertera dalam sertifikat ini juga dibutuhkan untuk mengevaluasi akurasi

metode analisis yang divalidasi menggunakan bahan acuan terkait (Budiman & Zuas, 2011).

Hingga saat ini, beberapa perusahaan *gas specialty* di Indonesia telah memulai upaya untuk memproduksi bahan acuan gas sendiri, guna memenuhi kebutuhan dalam negeri. Upaya ini perlu didukung oleh suatu penelitian ilmiah yang memaparkan prosedur untuk membuat bahan acuan gas, menghitung komposisi, serta mengestimasi ketidakpastian dari kandungan bahan acuan gas tersebut. Dari hasil uji banding antar laboratorium internasional untuk pengukuran N_2O , telah dilaporkan beberapa metode estimasi ketidakpastian yang menjadi salah satu kriteria utama kinerja laboratorium yang dimiliki oleh lembaga metrologi nasional dari berbagai negara (Lee dkk, 2011). Akan tetapi, setiap negara memiliki metode estimasi dan prosedur yang berbeda-beda, dan tidak tampak penjelasan mendetail tentang prosedur estimasi ketidakpastian mulai dari awal persiapan hingga akhir pembuatan bahan acuan gas tersebut. Hal ini dapat menjadi masalah bagi produsen lokal yang sedang mengembangkan kompetensinya dalam menentukan ketidakpastian bahan acuan yang diproduksi sendiri untuk dapat diterima secara global. Oleh sebab itu, dalam studi ini akan dibahas secara rinci mengenai prosedur dan perhitungan estimasi ketidakpastian secara akurat dan komprehensif sebagai solusi atas masalah tersebut.

Dalam regulasi internasional yang mengatur tentang pembuatan bahan acuan gas primer, yaitu ISO 6142, tercantum persamaan perhitungan komposisi bahan acuan gas secara gravimetrik yang didasarkan kepada massa (berat) hasil penimbangan tiap komponen bahan acuan gas (ISO, 2002). Untuk menghitung secara akurat massa hasil penimbangan tersebut beserta ketidakpastiannya, dibutuhkan suatu kajian lebih lanjut yang spesifik terkait ilmu pengukuran massa. Hal ini menjadi gagasan inovatif dalam studi ini, yang mengkolaborasi ilmu pengukuran massa dengan ilmu pengukuran gas dalam perhitungan estimasi ketidakpastian bahan acuan gas, dengan mengacu pada "*Guide to the expression of uncertainty in measurement*" atau ISO GUM yang merupakan landasan dalam propagasi persamaan estimasi ketidakpastian (JCGM, 2008).

Berdasarkan latar belakang tersebut, dalam studi ini dilakukan estimasi ketidakpastian konsentrasi N_2O dalam bahan acuan gas dengan matriks N_2 , yang telah dipreparasi sebelumnya dengan metode gravimetrik sebagai metode primer. Sumber – sumber ketidakpastian dan

estimasi dipelajari dan dibahas secara rinci dalam studi ini, agar dapat menjadi panduan bagi para laboratorium atau produsen bahan acuan lokal dalam melakukan estimasi dan meminimalkan ketidakpastian untuk menghasilkan bahan acuan dengan kualitas sesuai dengan yang ditargetkan.

2. TINJAUAN PUSTAKA

Sebagaimana telah disebutkan dalam pendahuluan diatas, berbagai metode yang berbeda dari lembaga metrologi di berbagai negara untuk estimasi ketidakpastian bahan acuan gas, khususnya N₂O, telah dilaporkan dalam hasil uji banding internasional (Lee dkk, 2011), meskipun tanpa penjelasan komprehensif langkah demi langkah perhitungannya dan langsung tertuju pada persamaan ketidakpastian serta hasilnya. Selain itu, tidak ada satu metode baku yang harus diikuti oleh semua negara, sehingga setiap laboratorium harus menguji performanya, salah satunya adalah dalam hal mengestimasi ketidakpastian, dalam kegiatan uji banding (BSN, 2008). Pada bagian ini akan dipaparkan secara rinci dan komprehensif langkah demi langkah diperoleh persamaan ketidakpastian bahan acuan gas dengan mengintegrasikan ilmu pengukuran massa.

Berdasarkan ISO GUM, langkah pertama yang harus dilakukan dalam estimasi ketidakpastian adalah menentukan spesifikasi kuantitas yang diukur (*measurand*) dan model persamaan untuk menghitung kuantitas tersebut (JCGM, 2008), dalam hal ini yaitu konsentrasi N₂O dalam campuran bahan acuan gas. Berdasarkan ISO 6142, model persamaan untuk menghitung konsentrasi komponen dalam campuran bahan acuan hasil preparasi dengan metode gravimetrik adalah sebagai berikut:

$$x_i = \frac{\sum_{A=1}^P \left(\frac{x_{i,A} \cdot m_A}{\sum_{i=1}^n x_{i,A} \cdot M_i} \right)}{\sum_{A=1}^P \left(\frac{m_A}{\sum_{i=1}^n x_{i,A} \cdot M_i} \right)} \dots\dots\dots(1)$$

x_i : sebagai fraksi mol atau konsentrasi komponen i
 P : jumlah *parent gases* yang digunakan

n : adalah jumlah komponen dalam campuran bahan acuan
 m_A : massa *parent gas A* yang ditransfer ke dalam silinder
 M_i : massa molekul dari komponen i
 $x_{i,A}$: fraksi mol komponen i dalam *parent gas A* (ISO, 2002).

Dalam studi ini dilakukan estimasi ketidakpastian konsentrasi N₂O dalam campuran bahan acuan, sehingga persamaan (1) dimodifikasi menjadi:

$$x_{N_2O} = \frac{\sum_{A=1}^P \left(\frac{x_{N_2O,A} \cdot m_A}{\sum_{i=1}^n x_{i,A} \cdot M_i} \right)}{\sum_{A=1}^P \left(\frac{m_A}{\sum_{i=1}^n x_{i,A} \cdot M_i} \right)} \dots\dots\dots(2)$$

Setelah kuantitas pengukuran dan model persamaan diketahui, langkah berikutnya yang dilakukan adalah identifikasi sumber-sumber ketidakpastian yang mempengaruhi persamaan tersebut. Berdasarkan ketentuan propagasi persamaan ketidakpastian dalam ISO GUM (JCGM 2008), persamaan (2) dapat diturunkan untuk menghitung ketidakpastian konsentrasi N₂O seperti di bawah ini:

$$u^2(x_{N_2O}) = \sum_{A=1}^P \left(\frac{\partial x_{N_2O}}{\partial m_A} \right)^2 \cdot u^2(m_A) + \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial x_{N_2O}}{\partial M_i} \right)^2 \cdot u^2(M_i) + \sum_{A=1}^P \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial x_{N_2O}}{\partial x_{i,A}} \right)^2 \cdot u^2(x_{i,A}) \dots\dots\dots(3)$$

$u(M_i)$: ketidakpastian massa molekul komponen i dalam campuran gas
 $u(m_A)$: ketidakpastian massa *parent gas A* yang ditransfer ke dalam silinder
 $u(x_{i,A})$: ketidakpastian fraksi mol komponen i dalam *parent gas A*

Tiga komponen inilah yang menjadi sumber ketidakpastian utama dalam studi ini. Untuk menyelesaikan persamaan (3) di atas, perlu dilakukan penguraian differensial sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 u^2(x_{N_2O}) = & \sum_{A=1}^p \left(\frac{NX_{N_2O,A} - N_{N_2O}}{N^2 M_A} \right)^2 u^2(m_A) + \\
 & \sum_{i=1}^n \left[\left(\sum_{A=1}^p \frac{NX_{N_2O,A} - N_{N_2O}}{N^2} \left(-\frac{m_j}{M_A^2} \right) x_{i,A} \right)^2 u^2(M_i) \right] + \quad (4) \\
 & \sum_{A=1}^p \left[\sum_{i=1, i \neq N_2O}^n \left(\frac{NX_{N_2O,A} - N_{N_2O}}{N^2} \left(-\frac{m_A}{M_A^2} \right) M_i \right)^2 u^2(x_{i,A}) + \right. \\
 & \left. \sum_{i=1, i \neq N_2O}^n \left(\frac{NX_{N_2O,A} - N_{N_2O}}{N^2} \left(-\frac{m_j}{M_A^2} \right) M_{N_2O} + \frac{N_j}{N} \right)^2 u^2(x_{N_2O,A}) \right]
 \end{aligned}$$

$X_{N_2O,A}$ sebagai fraksi mol N_2O dalam *parent gas A* dipisahkan dari fraksi mol komponen lain yang juga terdapat dalam *parent gas A* atau $x_{i,A}$ (Wang, Zhou & Zhao 2008). Hal ini dilakukan untuk membedakan N_2O sebagai komponen target, dari komponen lain dalam *parent gas*.

Adapun komponen ketidakpastian pertama yang terdapat dalam persamaan (3) dan (4), yaitu $u(m_A)$, berasal dari massa *parent gas* dalam silinder. Dalam studi ini, massa *parent gas* yang ditransfer ke dalam silinder ditentukan berdasarkan ISO 6142, yaitu dengan metode penimbangan bergantian antara silinder bahan acuan dengan silinder referensi AH06011 (ISO 2002). Selisih antara massa silinder referensi dengan silinder sampel (dalam hal ini silinder berisi campuran bahan acuan gas) yang ditimbang dengan metode tersebut dapat dihitung dengan persamaan dasar berikut:

$$\begin{aligned}
 \Delta m_A = & e_A (w_{S,A} - w_{R,A}) + \\
 & (M_A - W_A) \left(1 - \frac{\rho_{air,A}}{\rho_M} \right) + \rho_{air,A} (V_{S,A} - V_{R,A}) \quad (5)
 \end{aligned}$$

- Δm : perbedaan massa antara silinder referensi dan silinder sampel
- E : faktor kalibrasi atau linearitas timbangan
- w_s : pembacaan silinder sampel pada timbangan
- w_R : pembacaan silinder referensi pada timbangan
- m : massa total anak timbangan yang ditambahkan dalam penimbangan silinder referensi
- W : adalah massa total anak timbangan yang ditambahkan dalam penimbangan silinder sampel
- ρ_{air} : densitas udara
- ρ_M : densitas anak timbangan
- V_S : volume silinder sampel
- V_R : volume silinder referensi

(Alink & van der Veen, 2000, Mulyana & Zuas, 2017).

Akan tetapi, dalam studi ini tidak dilakukan penambahan anak timbangan sehingga nilai W dan M sama dengan nol. Dengan demikian, persamaan (5) berubah menjadi:

$$\begin{aligned}
 \Delta m_A = & e_A (w_{S,A} - w_{R,A}) + \rho_{air,A} (V_{S,A} - V_{R,A}) \\
 = & e_A \Delta w_A + \rho_{air,A} \Delta V_A \quad (6)
 \end{aligned}$$

Notasi A pada persamaan (5) dan (6) memiliki makna yang sama dengan persamaan (1), yaitu merupakan representasi dari *parent gas* yang telah ditransfer ke dalam silinder sampel. Hal ini berarti untuk silinder sampel kosong/vakum maka $\Delta m_A = \Delta m_0$, kemudian untuk silinder sampel yang telah diisi *parent gas* pertama maka $\Delta m_A = \Delta m_1$ dan begitu seterusnya. Dengan demikian, massa *parent gas A* yang telah ditransfer ke dalam silinder dapat dihitung sebagai selisih antara Δm_A sebelum dan sesudah transfer gas dilakukan, seperti pada persamaan berikut:

$$\begin{aligned}
 m_A = & \Delta m_A - \Delta m_{A-1} = (e_A \Delta w_A - e_{A-1} \Delta w_{A-1}) + \\
 & (\Delta V_A \rho_{air,A} - \Delta V_{A-1} \rho_{air,A-1}) \quad \dots (7)
 \end{aligned}$$

Dalam persamaan (7), faktor e dan ρ_{air} dapat diasumsikan sama untuk timbangan yang sama dan kondisi laboratorium yang serupa. Adapun perubahan selisih volume silinder ΔV antara sebelum dan sesudah pengisian *parent gas* dapat dipengaruhi oleh dua faktor, yaitu perubahan tekanan dan suhu silinder. Selain itu, perlu dipertimbangkan kemungkinan adanya massa yang hilang atau bertambah, yang dapat diakibatkan oleh debu, permukaan silinder yang mengelupas, kebocoran yang tak terdeteksi, dan beberapa faktor teknis lainnya. Dengan mempertimbangkan faktor-faktor penting tersebut, persamaan (7) dapat dikonversi menjadi:

$$m_A = e(\Delta w_A - \Delta w_{A-1}) + K \Delta P \rho_{air} + \delta V \rho_{air} + \Delta L \quad (8)$$

ΔP merupakan perubahan tekanan sebelum dan sesudah pengisian *parent gas*, K merupakan koefisien ekspansi volume silinder akibat perubahan tekanan tersebut, δV adalah variasi volume silinder yang diakibatkan perubahan suhu, sedangkan ΔL merupakan massa yang hilang atau bertambah akibat

kotoran, pengelupasan, dan sebagainya seperti yang telah disebutkan sebelumnya (Wang dkk, 2008).

Dengan mengaplikasikan ketentuan propagasi persamaan ketidakpastian dalam ISO GUM, ketidakpastian yang mempengaruhi hasil penimbangan massa *parent gas* yang ditransfer ke dalam silinder pada persamaan (8) dapat diestimasi dengan perhitungan di bawah ini:

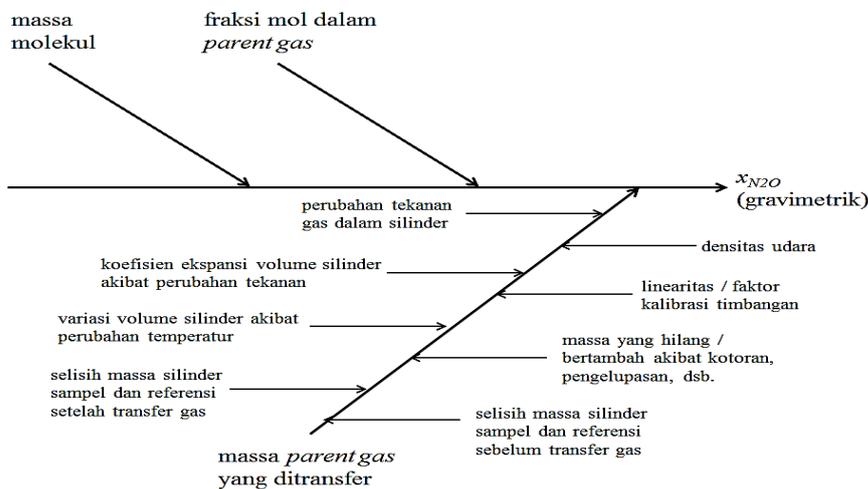
$$\begin{aligned}
 u^2(m_A) = & \left(\frac{\partial m_A}{\partial e}\right)^2 u^2(e) + \left(\frac{\partial m_A}{\partial w_A}\right)^2 u^2(\Delta w_A) + \\
 & \left(\frac{\partial m_A}{\partial w_{A-1}}\right)^2 u^2(\Delta w_{A-1}) + \left(\frac{\partial m_A}{\partial K}\right)^2 u^2(K) + \\
 & \left(\frac{\partial m_A}{\partial \Delta P}\right)^2 u^2(\Delta P) + \left(\frac{\partial m_A}{\partial (\delta V)}\right)^2 u^2(\delta V) + \\
 & \left(\frac{\partial m_A}{\partial \rho_{air}}\right)^2 u^2(\rho_{air}) + \left(\frac{\partial m_A}{\partial \Delta L}\right)^2 u^2(\Delta L)
 \end{aligned} \tag{9}$$

Faktor *differensial* pada persamaan (9) dapat diuraikan dengan mengikuti ketentuan koefisien sensitifitas dalam ISO GUM (JCGM, 2008), sehingga persamaan (9) dapat dikonversi menjadi (Mulyana & Zuas, 2017):

$$\begin{aligned}
 u^2(m_A) = & (\Delta w_A - \Delta w_{A-1})^2 u^2(e) + (e)^2 u^2(\Delta w_A) + \\
 & (-e)^2 u^2(\Delta w_{A-1}) + (\Delta P \rho_{air})^2 u^2(K) + \\
 & (K \rho_{air})^2 u^2(\Delta P) + u^2(\Delta L) + (\rho_{air})^2 u^2(\delta V) + \\
 & (K \Delta P + \delta V)^2 u^2(\rho_{air}).
 \end{aligned} \tag{10}$$

Berdasarkan persamaan (4) dan (10), sumber-sumber ketidakpastian (*u*) yang mempengaruhi nilai konsentrasi gravimetrik N₂O dalam studi ini dapat diidentifikasi. Sumber – sumber ketidakpastian tersebut diilustrasikan dalam sebuah diagram tulang ikan yang tampak pada Gambar 1, kemudian dikelompokkan berdasarkan cara evaluasinya seperti pada Tabel 1. Sumber ketidakpastian yang dievaluasi dengan analisa statistik berdasarkan sejumlah pengamatan berulang termasuk dalam Tipe A, sedangkan yang dievaluasi dengan cara selain analisa statistik tergolong dalam Tipe B (JCGM, 2008).

Pengelompokkan ini bertujuan untuk menentukan metode kuantifikasi ketidakpastian baku dari tiap sumber. Berdasarkan ISO GUM, ketidakpastian baku untuk Tipe A dikuantifikasi berdasarkan standar deviasinya, sedangkan ketidakpastian baku untuk Tipe B dikuantifikasi berdasarkan distribusi segiempat, distribusi segitiga, atau dengan mengutip literatur lain seperti sertifikat dan sebagainya (JCGM, 2008).



Gambar 1 Diagram tulang ikan sumber-sumber ketidakpastian yang mempengaruhi konsentrasi gravimetrik N₂O (Budiman dkk, 2017).

Tabel 1 Pengelompokkan dan kuantifikasi sumber-sumber ketidakpastian.

Sumber Ketidakpastian	Tipe	Metode Kuantifikasi Ketidakpastian Baku
massa <i>parent gas</i> yang ditransfer ke dalam silinder, $u(m_A)$	Gabungan	Kuantifikasi menggunakan persamaan (9) sebagai ketidakpastian gabungan
dipengaruhi oleh: - linearitas/faktor kalibrasi	Tipe B	Mengutip informasi dari sertifikat kalibrasi

Sumber Ketidakpastian	Tipe	Metode Kuantifikasi Ketidakpastian Baku
timbangan, $u(e)$		timbangan
- selisih massa silinder sampel dan referensi setelah transfer gas, $u(\Delta W_A)$	Tipe A	Analisa statistik hasil penimbangan dengan <i>Mass Comparator</i> , nilainya diambil dari standar deviasi
- selisih massa silinder sampel dan referensi sebelum transfer gas, $u(\Delta W_{A-1})$	Tipe A	Analisa statistik hasil penimbangan dengan <i>Mass Comparator</i> , nilainya diambil dari standar deviasi
- koefisien ekspansi volume silinder akibat perubahan tekanan, $u(K)$	Tipe B	Mengutip informasi dari penelitian terdahulu (Wang, Zhou & Zhao 2008)
- perubahan tekanan gas dalam silinder, $u(\Delta P)$	Tipe B	Distribusi segiempat dari kisaran tekanan gas berdasarkan perhitungan
- massa yang hilang/bertambah, $u(\Delta L)$	Tipe B	Estimasi berdasarkan pengalaman dalam laboratorium
- densitas udara, $u(\rho_{air})$	Tipe B	Distribusi segiempat dari kisaran variasi densitas udara di ruang timbang
- variasi volume silinder akibat perubahan suhu, $u(\delta V)$	Tipe B	Mengutip informasi dari penelitian terdahulu (Wang, Zhou & Zhao 2008)
massa molekul tiap komponen dalam <i>parent gas</i> , $u(M_i)$	Tipe B	Distribusi segiempat dari kisaran massa molekul yang terdapat dalam <i>database IUPAC</i> (Wieser et al. 2010)
fraksi mol komponen dalam <i>parent gas</i> , $u(x_{i,A})$	Tipe B	Mengutip informasi dari sertifikat komposisi gas murni dan campuran gas yang dijadikan <i>parent gas</i>

Setelah pengelompokan dan kuantifikasi dilakukan, langkah selanjutnya yaitu perhitungan ketidakpastian gabungan dari seluruh sumber ketidakpastian, yang besarnya sama dengan akar kuadrat dari jumlah total kontribusi sumber-sumber tersebut (ISO, 2002; JCGM, 2008). Persamaan (3) dapat digunakan untuk menghitung ketidakpastian gabungan dari tiga komponen utama yang mempengaruhi konsentrasi akhir N₂O yaitu massa *parent gas* yang ditransfer ke dalam silinder, massa molekul, dan kemurnian *parent gas*. Untuk massa *parent gas* yang ditransfer ke dalam silinder, ketidakpastian gabungan dapat dihitung dengan persamaan (9).

Nilai ketidakpastian gabungan ini kemudian digunakan untuk menghitung ketidakpastian diperluas berdasarkan tingkat kepercayaan. Dengan tingkat kepercayaan 95% dan faktor cakupan = 2, maka nilai ketidakpastian diperluas sama dengan nilai ketidakpastian gabungan dikalikan dengan dua (JCGM, 2008).

Sebagai tahap terakhir, ketidakpastian diperluas dilaporkan dalam sertifikat bahan acuan bersama dengan komposisinya.

3. METODE PENELITIAN

Secara umum, metode penelitian ini mengacu pada penelitian terdahulu (Budiman dkk, 2017) dimana bahan acuan gas N₂O dibuat berdasarkan ISO 6142, yang meliputi prosedur sebagai berikut:

1. Pengujian silinder bahan acuan gas.
2. Evakuasi silinder bahan acuan gas.
3. Penimbangan silinder bahan acuan gas kosong.
4. Pengisian gas N₂O ke dalam silinder bahan acuan gas.
5. Penimbangan hasil pengisian N₂O dalam silinder bahan acuan gas.

6. Pengisian gas N₂ ke dalam silinder bahan acuan gas.
7. Penimbangan hasil pengisian N₂ dalam silinder bahan acuan gas.
8. Homogenisasi campuran gas dalam silinder bahan acuan gas.
9. Evaluasi sumber-sumber ketidakpastian yang berasal dari langkah 1 sampai 8.
10. Estimasi ketidakpastian gabungan dari seluruh sumbernya, berdasarkan teori yang dipaparkan dalam bab "Tinjauan Pustaka".

Estimasi ketidakpastian dilakukan setelah menghitung ketidakpastian baku dari tiap sumbernya sebagaimana tercantum dalam Tabel 1 pada bab "Tinjauan Pustaka". Setiap parameter yang menjadi sumber ketidakpastian tersebut diintegrasikan dalam persamaan 4 yang telah dibahas sebelumnya. Sumber-sumber tersebut kemudian dievaluasi untuk melihat kontribusinya terhadap nilai ketidakpastian akhir bahan acuan. Selain itu, pengaruh pengenceran bahan acuan gas hingga mencapai target konsentrasi yang diinginkan juga diamati dan dievaluasi untuk melihat signifikansinya terhadap nilai ketidakpastian.

3.1 Material

Bahan baku gas (*parents gases*) yang digunakan untuk membuat bahan acuan standar campuran gas meliputi gas N₂O (kemurnian 99.2 %, PT Usaha Mulia Pratama, Indonesia) dan gas N₂ (kemurnian 99.999%, PT *Air Liquide*, Indonesia). Gas N₂O dalam hal ini digunakan sebagai komponen target, sedangkan gas N₂ sebagai matriks. Dengan menggunakan metoda gravimetri ISO-6142, kedua gas dengan kemurnian tinggi tersebut dicampur dalam sebuah silinder aluminium (*Liaoning Alsafe Technology Co., Ltd.*, China) dengan kode AH06018 dan kondisi permukaan dinding bagian dalam silinder merupakan *polished treated* yang halus untuk mencegah terjadinya penyerapan molekul komponen gas bahan acuan. Silinder tersebut kemudian dibersihkan dan dievakuasi menggunakan sistem evakuasi 10⁻⁷ mBar.

Campuran gas AH06018 yang telah dibuat tersebut (selanjutnya disebut sebagai *mother cylinder*) kemudian diencerkan sebanyak empat kali hingga mencapai konsentrasi akhir yang mendekati konsentrasi N₂O di atmosfer. Pengenceran dilakukan dengan cara mentransfer sejumlah massa (berat) campuran gas induk sebagai *mother cylinder* ke dalam silinder lain (Kode silinder AH06023) lalu ditambahkan dengan sejumlah massa gas N₂ murni (gas pengencer) sesuai dengan perhitungan untuk mencapai komposisi yang ditargetkan. Silinder

yang digunakan untuk gas hasil pengenceran juga memiliki jenis dan *batch* produksi yang sama dengan silinder campuran induk.

Campuran gas hasil pengenceran ini digunakan lagi sebagai *mother cylinder* untuk pengenceran tahap berikutnya, dan seterusnya hingga tahap pengenceran terakhir. Komposisi gravimetrik dari campuran gas dalam silinder AH06018 sebagai campuran induk, beserta hasil pengencerannya dapat dilihat pada Tabel 2 di bawah ini.

Tabel 2 Komposisi campuran gas induk dan hasil pengencerannya.

Kode Silinder	Komponen	Komposisi
AH06018	N ₂ O	1.204
(<i>mother cylinder</i>)	N ₂	%mol/mol <i>balance</i>
AH06023	N ₂ O	0.044
(pengenceran ke-1)	N ₂	%mol/mol <i>balance</i>
AH06021	N ₂ O	31.071
(pengenceran ke-2)	N ₂	μmol/mol <i>balance</i>
AH06010	N ₂ O	3.249
(pengenceran ke-3)	N ₂	μmol/mol <i>balance</i>
AH06020	N ₂ O	366 nmol/mol
(pengenceran ke-4)	N ₂	<i>balance</i>

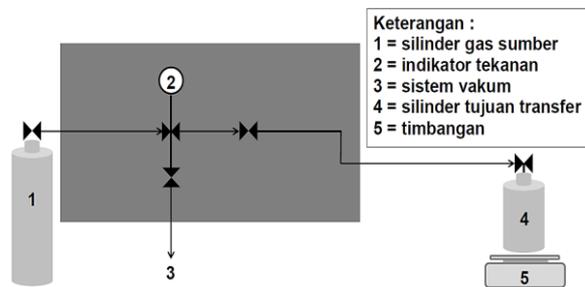
Satu buah silinder kosong (kode AH06011) dipersiapkan sebagai silinder referensi (pembanding). Silinder referensi ini akan digunakan dalam penimbangan hasil transfer *mother cylinder* ke dalam silinder –silinder lainnya (silinder bahan acuan), yang secara rinci dijelaskan lebih lanjut dalam sub-bagian 3.3. Silinder referensi dievakuasi dengan prosedur yang sama dengan silinder-silinder bahan acuan kemudian diisi dengan gas murni N₂ dengan tekanan ruang (*ambient*). Hal ini dilakukan untuk meminimalisir kemungkinan adanya kebocoran dari dalam maupun dari luar silinder, karena tekanan di dalam silinder setimbang dengan tekanan ruang di sekitar silinder.

3.2 Instrumen

Terhadap silinder untuk bahan acuan dilakukan perlakuan awal sebagai tahap persiapan berupa proses evakuasi menggunakan sistem vakum *HiCube 300 Classic* berskala 10⁻⁷ mBar (*Pfeiffer Vacuum GmbH*, Jerman). Proses evakuasi ini bertujuan untuk membersihkan silinder dengan menghisap udara serta gas-gas lain yang tersisa dalam silinder. Sistem vakum juga dibantu dengan jaket pemanas yang dipasang pada

permukaan luar silinder untuk memanaskan silinder (~50 °C) selama proses evakuasi berlangsung, sehingga kadar air di dalam silinder

dapat teruapkan dan ikut terhisap oleh sistem vakum.



Gambar 2 Skema sistem pengisian untuk transfer gas.

Sistem pengisian gas (*filling system*) dipersiapkan sebagai instrumen untuk mentransfer gas dari silinder sumber ke dalam silinder tujuan. Skema dari sistem ini dapat dilihat pada Gambar 1. Sebuah timbangan *New Classic MF MS32001L/02 (Mettler Toledo Inc., USA)* diposisikan pada titik yang ditandai dengan poin lima pada Gambar 2, dengan tujuan untuk menimbang berat gas agar jumlah gas yang ditransfer sesuai dengan yang ditargetkan berdasarkan perhitungan.

Sebuah *Mass Comparator XP10003S (Mettler Toledo Inc., USA)* dengan resolusi 1 mg dipersiapkan dalam ruang timbang khusus untuk mendapatkan hasil penimbangan yang presisi dan akurat. *Mass Comparator* yang digunakan terkalibrasi dan tertelusur ke Pusat Penelitian Metrologi – LIPI sebagai Lembaga Metrologi Nasional yang memegang standar satuan ukur massa tertinggi di Indonesia. Hasil penimbangan yang diperoleh menggunakan *Mass Comparator* ini akan digunakan untuk perhitungan komposisi bahan acuan gas beserta estimasi ketidakpastiannya.

Kondisi ruang *Mass Comparator* meliputi suhu, kelembaban, serta tekanan udara direkam menggunakan *Data logger Extech SD700 (Extech FLIR Inc., USA)* yang diletakkan berdekatan dengan *mass comparator*. Data hasil perekaman *Data logger* kemudian digunakan untuk mengetahui variasi densitas udara selama penimbangan. Kandidat bahan acuan campuran gas yang telah dibuat kemudian dihomogenisasi menggunakan *Jar Mill Type 301 (Thuringia Netzsch GmbH, Jerman)* sehingga konsentrasi masing-masing komponen terbagi secara merata di dalam silinder.

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Perhitungan nilai ketidakpastian gabungan dalam studi ini telah dilakukan untuk silinder induk hingga silinder hasil pengenceran. Hasil perhitungannya dapat dilihat secara detil pada Tabel 3 di bawah ini. Pada Tabel 3, dapat dilihat bahwa nilai persentase ketidakpastian gabungan semakin meningkat seiring dengan jumlah pengenceran bahan acuan gas N₂O dalam N₂, dengan pola peningkatan yang cukup signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa nilai ketidakpastian akhir bahan acuan akan semakin meningkat seiring dengan semakin rendahnya konsentrasi komponen yang ditargetkan (semakin banyak pengenceran, semakin rendah konsentrasi komponen target). Hasil ini dapat dibandingkan dengan hasil penelitian lain yang juga membahas tentang pengaruh pengenceran gravimetrik dalam preparasi campuran bahan acuan gas (Milton dkk, 2011).

Tabel 3 Hasil perhitungan ketidakpastian gabungan untuk campuran gas induk dan pengencerannya.

Ketidakpastian baku	Kode Silinder				
	AH06018 (tahap 0)	AH06023 (tahap 1)	AH06021 (tahap 2)	AH06010 (tahap 3)	AH06020 (tahap 4)
Dari massa <i>parent gas</i> yang ditransfer ke dalam silinder					
1. Transfer N ₂ O murni**, atau hasil pengenceran sebelumnya*					
- kalibrasi timbangan (gram)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009
- selisih massa setelah	0.001	0.001	0.001	0.002	0.001

Ketidakpastian baku	Kode Silinder				
	AH06018 (tahap 0)	AH06023 (tahap 1)	AH06021 (tahap 2)	AH06010 (tahap 3)	AH06020 (tahap 4)
- transfer (gram)					
- selisih massa sebelum transfer (gram)	0.001	0.001	0.002	0.001	0.001
- koefisien ekspansi (cm ³ /bar)	0.060	0.060	0.060	0.060	0.060
- perubahan tekanan (bar)	0.092	0.266	0.497	0.924	0.935
- massa hilang / bertambah (gram)	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003
- densitas udara (gram/cm ³)	1.5 x 10 ⁻⁶	1.5 x 10 ⁻⁶	1.5 x 10 ⁻⁶	1.5 x 10 ⁻⁶	1.5 x 10 ⁻⁶
- variasi volume akibat perubahan suhu (cm ³)	1.200	1.200	1.200	1.200	1.200
ketidakpastian massa gas ditransfer (gram)	0.035	0.102	0.192	0.358	0.360
2. Transfer N ₂ murni,					
- kalibrasi timbangan (gram)	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009
- selisih massa setelah transfer (gram)	0.002	0.001	0.002	0.001	0.001
- selisih massa sebelum transfer (gram)	0.001	0.001	0.001	0.002	0.001
- koefisien ekspansi (cm ³ /bar)	0.060	0.060	0.060	0.060	0.060
- perubahan tekanan (bar)	7.991	7.817	7.586	7.159	7.148
- massa hilang / bertambah (gram)	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003
- densitas udara (gram/cm ³)	1.5 x 10 ⁻⁶	1.5 x 10 ⁻⁶	1.5 x 10 ⁻⁶	1.5 x 10 ⁻⁶	1.5 x 10 ⁻⁶
- variasi volume akibat suhu (cm ³)	1.200	1.200	1.200	1.200	1.200
ketidakpastian massa gas ditransfer (gram)	1.799	2.667	2.527	2.892	2.838
Kontribusi terhadap ketidakpastian gabungan (mol/mol)	2.292 x 10 ⁻⁸	2.918 x 10 ⁻¹¹	1.347 x 10 ⁻¹³	1.498 x 10 ⁻¹⁵	1.892 x 10 ⁻¹⁷
Persentase kontribusi	(99.450 %)	(49.407 %)	(31.528 %)	(22.413 %)	(18.224 %)

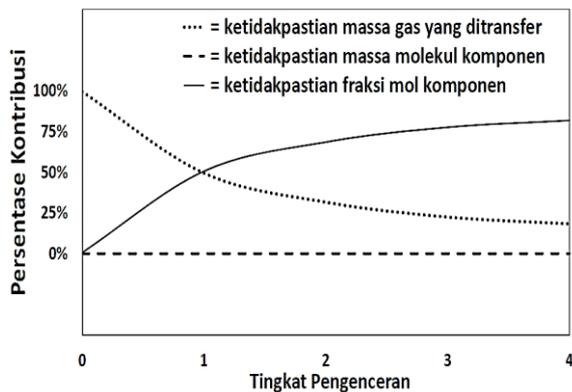
Dari massa molekul

Ketidakpastian baku	Kode Silinder				
	AH06018 (tahap 0)	AH06023 (tahap 1)	AH06021 (tahap 2)	AH06010 (tahap 3)	AH06020 (tahap 4)
tiap komponen dalam <i>parent gas</i> (gram/mol)					
- N ₂ O	0.0004	0.0004	0.0004	0.0004	0.0004
- N ₂	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
- CH ₄	0.00081	0.00081	0.00081	0.00081	0.00081
- CO	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001
- O ₂	0.00042	0.00042	0.00042	0.00042	0.00042
- H ₂ O	0.00032	0.00032	0.00032	0.00032	0.00032
Kontribusi terhadap ketidakpastian gabungan (mol/mol)	1.334 x 10 ⁻¹⁴	6.032 x 10 ⁻²¹	3.795 x 10 ⁻²⁶	2.094 x 10 ⁻³⁰	3.211 x 10 ⁻³⁴
Persentase kontribusi	(0.000 %)	(0.000 %)	(0.000 %)	(0.000 %)	(0.000 %)
Dari fraksi mol komponen dalam <i>parent gas</i> (mol/mol)					
1. Dalam N ₂ murni					
- N ₂	4.482 x 10 ⁻⁷				
- CH ₄	3.000 x 10 ⁻⁸				
- O ₂	2.000 x 10 ⁻⁷				
- H ₂ O	4.000 x 10 ⁻⁷				
2. Dalam N ₂ O murni**, atau hasil pengenceran sebelumnya					
- N ₂ O	2.307 x 10 ⁻³	1.518 x 10 ⁻⁴	7.685 x 10 ⁻⁶	6.536 x 10 ⁻⁷	8.176 x 10 ⁻⁸
- N ₂	-	1.555 x 10 ⁻⁴	7.945 x 10 ⁻⁶	7.898 x 10 ⁻⁷	4.101 x 10 ⁻⁷
- CH ₄	-	2.964 x 10 ⁻⁸	2.892 x 10 ⁻⁸	2.796 x 10 ⁻⁸	2.687 x 10 ⁻⁸
- CO	2.887 x 10 ⁻⁶	3.498 x 10 ⁻⁸	1.284 x 10 ⁻⁹	9.049 x 10 ⁻¹¹	9.978 x 10 ⁻¹²
- O ₂	-	1.976 x 10 ⁻⁷	1.928 x 10 ⁻⁷	1.864 x 10 ⁻⁷	1.791 x 10 ⁻⁷
- H ₂ O	2.307 x 10 ⁻³	2.786 x 10 ⁻⁵	1.093 x 10 ⁻⁶	3.797 x 10 ⁻⁷	3.584 x 10 ⁻⁷
Kontribusi terhadap ketidakpastian gabungan (mol/mol)	1.268 x 10 ⁻¹⁰	2.988 x 10 ⁻¹¹	2.925 x 10 ⁻¹³	5.186 x 10 ⁻¹⁵	8.490 x 10 ⁻¹⁷
Persentase kontribusi	(0.550 %)	(50.592 %)	(68.472 %)	(77.587 %)	(81.776 %)
Ketidakpastian gabungan konsentrasi N ₂ O dalam bahan acuan standar	± 151 μmol/mol	± 7685 nmol/mol	± 654 nmol/mol	± 81 nmol/mol	± 10 nmol/mol

Ketidakpastian baku	Kode Silinder				
	AH06018 (tahap 0)	AH06023 (tahap 1)	AH06021 (tahap 2)	AH06010 (tahap 3)	AH06020 (tahap 4)
Ketidakpastian diperluas (k=2)	± 302 <i>μmol/mol</i>	± 15370 <i>nmol/mol</i>	± 1308 <i>nmol/mol</i>	± 162 <i>nmol/mol</i>	± 20 <i>nmol/mol</i>
Persentase ketidakpastian diperluas terhadap komposisi gravimetrik N ₂ O	2.528 %	3.490 %	4.215 %	4.785 %	5.292 %

Keterangan: *transfer N₂O murni hanya untuk campuran induk (pengenceran 0)
 **parent gas N₂O murni hanya untuk campuran induk (pengenceran 0)

Untuk mempelajari lebih jauh tentang pengaruh dari sumber-sumber ketidakpastian dalam studi ini, persentase kontribusi dari tiap sumber yang tertera dalam Tabel 3 diplot ke dalam grafik terhadap tingkat pengenceran campuran bahan acuan gas. Hal ini dimaksudkan untuk mengetahui signifikansi dari tiap sumber terhadap ketidakpastian akhir bahan acuan, agar dapat dilakukan suatu upaya minimalisasi sumber dengan kontribusi terbesar dalam preparasi bahan acuan. Grafik yang menggambarkan kontribusi sumber ketidakpastian pada tiap tingkat pengenceran dapat dilihat dalam Gambar 3.



Gambar 3 Kontribusi sumber ketidakpastian pada setiap tingkat pengenceran.

Pada Gambar 3 dapat dilihat bahwa sumber ketidakpastian dengan kontribusi terbesar pada tahap pengenceran nol atau campuran induk adalah berasal dari massa gas yang ditransfer, yang mencapai 99.45 % dari seluruh ketidakpastian gabungan. Data-data dalam studi ini menunjukkan pola perubahan kontribusi yang signifikan seiring bertambahnya tingkat pengenceran. Semakin tinggi tingkat pengenceran, yang berarti konsentrasi komponen target semakin kecil, maka kontribusi ketidakpastian dari massa gas yang ditransfer semakin kecil. Dan sebaliknya, kontribusi ketidakpastian dari fraksi mol komponen yang

terdapat dalam *parent gas* semakin meningkat seiring bertambahnya tingkat pengenceran. Fenomena ini menunjukkan betapa pentingnya keakuratan analisa fraksi mol komponen (termasuk pengotor) serta kemurnian *parent gas* dalam preparasi bahan acuan dengan konsentrasi yang rendah, terutama untuk gas rumah kaca N₂O yang konsentrasinya mencapai ± 320 *nmol/mol* (Kurniawan, 2015; Nahas dkk, 2010).

Berdasarkan Gambar 3, untuk meminimalisir nilai ketidakpastian bahan acuan gas rumah kaca N₂O secara signifikan dapat dilakukan dengan menggunakan *parent gas* dengan kemurnian yang lebih tinggi serta menganalisis sendiri seluruh pengotor dalam tiap *parent gas*. Hal ini sesuai dengan data yang dilaporkan dalam hasil uji banding internasional CCQM-K68 tentang pengukuran N₂O dalam udara sintetik (Lee dkk, 2011). Selain itu, upaya meminimalisir ketidakpastian massa gas yang ditransfer juga penting untuk dilakukan dengan memperbaiki proses penimbangan dan perhitungan hasil transfer gas (Milton, Vargha & Brown, 2011), karena kontribusinya yang sangat signifikan dalam campuran gas induk seperti pada Gambar 3.

5. KESIMPULAN

Estimasi ketidakpastian telah dilakukan terhadap konsentrasi N₂O dalam bahan acuan gas. Berdasarkan pengamatan, ditemukan bahwa bertambahnya jumlah pengenceran campuran gas akan menyebabkan nilai ketidakpastian akhir bahan acuan menjadi semakin tinggi. Selain itu, kontribusi ketidakpastian dari fraksi mol komponen dalam *parent gas* terus meningkat seiring bertambahnya jumlah pengenceran, sehingga menjadi kontributor terbesar terhadap nilai ketidakpastian yang diperoleh. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa kemurnian *parent gas* merupakan hal terpenting dalam pembuatan bahan acuan dengan konsentrasi

rendah seperti dalam studi ini, yang diikuti dengan penimbangan massa transfer gas sebagai kontributor ketidakpastian lainnya.

Diharapkan dengan hasil studi ini produsen bahan acuan gas dapat lebih meminimalisir ketidakpastian dengan menggunakan *parent gas* kemurnian tinggi serta prosedur penimbangan yang lebih presisi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada Pusat Penelitian Kimia-LIPI atas dukungan finansial dalam Proyek No. SP.DIPA-079.01.2.664833/2016 dengan lingkup "Penguatan Infrastruktur dan Kompetensi Metrologi Kimia" sehingga kegiatan penelitian ini dapat berjalan dengan sebagaimana mestinya. Penulis juga berterima kasih kepada Krisna Dian Purnama dari Universitas Diponegoro atas kerjasamanya dalam pengambilan data. Penulis juga mengucapkan terima kasih atas masukan-masukan yang sangat membangun dari *anonymous* mitra bestari.

DAFTAR PUSTAKA

- Akdeniz, N., Jacobson, L. D., Hetchler, B. P., Venterea, R. T., & Spokas, K. A. (2009). Measurement of nitrous oxide concentrations from Wisconsin dairy barns. In *2009 Reno, Nevada, June 21 - June 24, 2009* (pp. 2–7). St. Joseph, MI: American Society of Agricultural and Biological Engineers.
<http://doi.org/10.13031/2013.27170>
- Alink, A., & van der Veen, A. M. H. (2000). Uncertainty calculations for the preparation of primary gas mixtures - part 1. *Gravimetry. Metrologia*, 37(6), 641–650.
<http://doi.org/10.1088/0026-1394/37/6/1>
- Anderson, B., Bartlett, K., Frolking, S., Hayhoe, K., Jenkins, J., & Salas, W. (2010). Methane and nitrous oxide emissions from natural sources. *United States Environmental Protection Agency*, (April), 1–194. <http://doi.org/EPA 430-R-10-001>
- BSN. (2008). *SNI ISO/IEC 17025:2008 : Persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi*. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- Budiman, H., & Zuas, O. (2011). Validation of Analytical Method for Determination of High Level Carbon Dioxide (CO₂) in Nitrogen Gas (N₂) Matrix Using Gas Chromatography Thermal Conductivity Detector. *Periódico Tchê Química*, 12(24), 7–16.
- Budiman, H., Mulyana, M.R. & Zuas, O. (2017): Gravimetric Dilution of Calibration Gas Mixtures (CO₂, CO, and CH₄ in He Balance): Toward Their Uncertainty Estimation. *International Symposium on Applied Chemistry (ISAC) 2016*.
<http://doi.org/10.1063/1.4973183>.
- Ermolaev, E. (2015). *Greenhouse Gas Emissions from Food and Garden Waste Composting Effects of Management and Process Conditions*.
- ISO. (2002). *Gas Analysis Guide 6142: - Preparation of calibration gas mixtures - Gravimetric method. International Organization for Standardization*.
<http://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
- JCGM. (2008). Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement. *International Organization for Standardization Geneva ISBN, 50*(September), 134.
<http://doi.org/10.1373/clinchem.2003.030528>
- Kurniawan, A. (2015). Satu Tahun Pemantauan Konsentrasi Gas Rumah Kaca (N₂O) Di Bukit Kototabang: Studi Pengaruh Faktor Meteorologi dan Lingkungan, 167–178.
- Lee, J., Lee, J., Moon, D., Kim, J. S., Wessel, R., Aoki, N., Hall, B. (2011). *CCQM-K68 Final Report International Comparison CCQM K68 Nitrous Oxide in synthetic air*.
- Milton, M. J. T., Vargha, G. M., Brown, A. S., al, L. G. A. et, H, A. H. and K., Z, M. J. and M., ... T, B. R. J. C. and M. M. J. (2011). Gravimetric methods for the preparation of standard gas mixtures. *Metrologia*, 48(5), R1–R9. <http://doi.org/10.1088/0026-1394/48/5/R01>
- Mulyana, M.R. & Zuas, O. (2017): Penentuan Komposisi Gravimetrik Bahan Acuan Gas Biner dan Estimasi Ketidakpastiannya. *Buletin Metrologi Kimia Indonesia*, 1, 51–60.
- Nahas, A. C., Kazuto, S., Lim, H.-C., & Kim, J. (2010). Asian GAW Greenhouse Gases Newsletter. *The 2nd International Workshop on Atmosphere Watch in Asia*, 1(3), 15.
- Rapson, T. D., & Dacres, H. (2014). Analytical techniques for measuring nitrous oxide. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry*, 54, 65–74.
<http://doi.org/10.1016/j.trac.2013.11.004>
- Vardag, S. N., Hammer, S., O'Doherty, S., Spain, T. G., Wastine, B., Jordan, A., & Levin, I. (2014). Comparisons of continuous

- atmospheric CH₄, CO₂ and N₂O measurements – results from a travelling instrument campaign at Mace Head. *Atmospheric Chemistry and Physics*, 14(16), 8403–8418. <http://doi.org/10.5194/acp-14-8403-2014>
- Wang, D., Zhou, Z., & Zhao, Y. (2008). Uncertainty Calculation of Gas Mixture Prepared by Gravimetric Method. In *6th Workshop of APMP/TCQM Gas Analysis Working Group*. Daejeon.
- Wieser, M. E., Holden, N., Coplen, T. B., Böhlke, J. K., Berglund, M., Brand, W. A., ... Zhu, X.-K. (2010). Atomic weights of the elements 2011 (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, 83(2), 2012. <http://doi.org/10.1351/PAC-REP-10-09-14>
- Yuesi, W., & Yinghong, W. (2003). Emissions from a Short-Plant Ecosystem. *Advances in Atmospheric Sciences*, 20(5), 842–844.
- Zhang, Y., Mu, Y., Fang, S., & Liu, J. (2013). An improved GC-ECD method for measuring atmospheric N₂O. *Journal of Environmental Sciences (China)*, 25(3), 547–553. [http://doi.org/10.1016/S1001-0742\(12\)60090-4](http://doi.org/10.1016/S1001-0742(12)60090-4).