

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE KESADAHAN TOTAL PADA AIR
FORMASI SECARA TITRIMETRI DI PT. PERTAMINA EP
ASSET 3 JATIBARANG FIELD**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli
Madya Sains (A.Md.Si) di Program Studi D III Analisis Kimia**



Disusun Oleh :

Nabilla Fadyah Migisya

NIM : 17231015

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE KESADAHAN TOTAL PADA AIR
FORMASI SECARA TITRIMETRI DI PT. PERTAMINA EP
ASSET 3 JATIBARANG FIELD**

**METHOD VALIDATION OF TOTAL HARDNESS IN WATER
FORMATION BY TITRIMETRY AT PT. PERTAMINA EP
ASSET 3 JATIBARANG FIELD**



Disusun Oleh :

Nabilla Fadyah Migisya

NIM : 17231015

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE KESADAHAN TOTAL PADA AIR
FORMASI SECARA TITRIMETRI DI PT. PERTAMINA EP
ASSET 3 JATIBARANG FIELD**

Dipersiapkan dan disusun oleh :
Nabilla Fadyah Migisya
NIM : 17231015

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir
Program Studi D III Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
pada tanggal 19 Juni 2020

Menyetujui,

Ketua Program Studi

Pembimbing


Tri Esti Purbaningtias S.Si., M. Si.
NIK. 132311102


Ganjar Fadillah S.Si., M. Si.
NIK. 182310101

**HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VALIDASI METODE KESADAHAN TOTAL PADA AIR
FORMASI SECARA TITRIMETRI DI PT. PERTAMINA EP
ASSET 3 JATIBARANG FIELD**

Dipersiapkan dan Disusun Oleh :

**Nabilla Fadyah Migisya
NIM : 17231015**

Telah dipertahankan didepan Tim Penguji pada tanggal 19 Juni 2020

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/Penguji

**Ganjar Fadillah, S.Si., M.Si.
NIK. 182310101**

Penguji I

**Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc.
NIK. 132311101**

Penguji II

**Febi Indah Fajarwati, M.Sc.
NIK. 156121311**

Mengetahui,

Dekan Fakultas MIPA UII

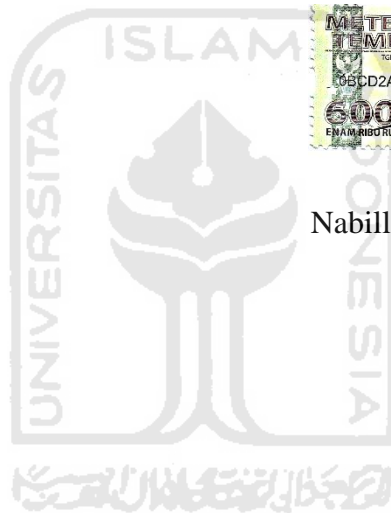


**Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.
NIK. 006120101**

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan di daftar pustaka.

Yogyakarta, 7 Juli 2020



Nabilla Fadyah Migisya

HALAMAN PERSEMBAHAN

Puji syukur kepada Allah SWT atas karunia dan taburan cinta kasih sayangnya telah memberikan kemudahan, kekuatan, kelancaran, serta ilmunya sehingga saya dapat menyelesaikan tugas akhir ini. Shalawat serta salam selalu tercurah kepada Rasulullah Muhammad SAW. Kupersembahkan karya sederhana ini kepada orang terkasih.

Ibunda dan Ayahanda Tercinta

Terima kasih kepada ibunda tercinta HJ. Nunug Sri Dyah N dan ayahanda terkasih Alm. H, Dudung Supriyadi yang telah memberikan dukungan penuh, cinta kasih, do'a, serta ridhonya sehingga saya dapat berada dititik ini. Semoga ini merupakan langkah awal untuk membuat ibu dan ayah bangga dan dapat menjadi anak yang bertanggung jawab sesuai yang diharapkan ibu dan ayah. Saya akan selalu membutuhkan do'a ibu dan ayah. Terima Kasih Ibu dan Ayah

Adik dan Keluarga Tercinta

Terima kasih Halimatus Sadiyyah dan Maudyah Kanzun Syifa telah menjadi penyemangat dalam mengerjakan tugas akhir ini. Semoga ini dapat menjadi contoh yang baik untuk kalian kelak, semoga kalian dapat menjadi manusia yang lebih baik. Terima kasih kepada tante Ade dan keluarga, Wa Engkos dan keluarga, yang telah mendukung penuh selama saya berkuliah. Semoga Allah balas lebih semua kebaikan om, tante dan wa.

Dosen, Staf Prodi dan Asisten di DIII Analisis Kimia UII

Terima kasih kepada ibu/bapak dosen, mas rizal, mas/mba asisten mba widy, mba pipit, mba lia yang telah banyak berkontribusi sehingga saya dapat menyelesaikan tugas akhir atas segala ilmu, waktu, dan tenaga yang diberikan semoga Allah SWT membalas seluruh kebaikannya dan menjadi ladang pahala aamiin yaAllah.

Teman – teman terkasih

Terima kasih teman – teman yang selalu ada dalam suka maupun duka selalu membantu dalam keseharian saya di Yogyakarta Ariani, Fahima, Hilda, Sita, Deka, Khusnul, Nova, Adjeng, Mutia, Olfy, Fia Maye yang telah menjadi keluarga baru bagi saya semoga kalian sukses dunia akhirat dan silaturahmi kita tidak terputus.

Terima kasih teman – teman yang selalu memberikan semangat tanpa henti sehingga saya mampu menyelesaikan tugas akhir, selalu berdoa dan menanti kepulanganku ke Cirebon teruntuk Yafi, Rizki, Riska, Devi, Nuke, Sheikha, Dhela, Maey, Arum, Muslikha, ONATRO. Terima kasih semoga kita selalu dalam lindungan Allah SWT serta selalu dicurahkan banyak kebaikan oleh Allah SWT.

Patner

Terima kasih Afriliansyah Rifqi Prasmiko telah menjadi patner dibalik layar, atas dukungan penuh yang diberikan, do'a, dan waktu yang selalu ada disela kesibukanmu, hingga aku ada dititik ini, semoga apapun cita-cita dan harapanmu Allah SWT selalu berikan kemudahan dan kelancaran.

Laboratorium Migas PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field

Terima kasih untuk Laboratorium Migas PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field yang telah membimbing dengan sangat baik dan menyambut dengan hangat keberadaan saya semasa PKL semoga Laboratorium Migas PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field selalu dalam lindungan Allah SWT.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh.

Dengan puja dan puji syukur kami panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan tugas akhir ini dengan baik. Judul tugas akhir ini adalah Validasi Metode Kesadahan Total Pada Air Formasi Secara Titrimetri di PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field.

. Tujuan penulisan tugas akhir ini dibuat sebagai salah satu syarat kelulusan Diploma III Analisis Kimia. Penulis menyadari bahwa tanpa bimbingan dan dorongan dari semua pihak, maka tugas akhir ini tidak dapat terselesaikan dengan baik.

Laporan tugas akhir ini berisi tentang penentuan kadar kesadahan total pada sampel air formasi dan validasi metode dengan menggunakan parameter antara lain uji linieritas, LOD dan LOQ, presisi serta ketidakpastian pengukuran. Oleh karenanya penulis ingin menyampaikan ucapan terimakasih kepada :

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan FMIPA UII.
2. Tri Esti Purbaningtias S.Si., M.Si. selaku Ketua Program Studi Diploma III Analisis Kimia.
3. Ganjar Fadillah, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan.
4. Rifqi Athoillah selaku Pembimbing Praktik Kerja Lapangan Laboratorium PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field

Penulis menyadari bahwa laporan tugas akhir ini jauh dari kata sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang bersifat membangun untuk menyempurnakan laporan tugas akhir ini. Akhir kata penulis berharap semoga laporan tugas akhir ini berguna bagi penulis pada khususnya dan bagi pembaca umumnya. *Wassalamualaikum warrahamtullahi wabarakatuh.*

Yogyakarta, 7 Juli 2020

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
PERNYATAAN.....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
INTISARI	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN	14
1.1 Latar Belakang	14
1.2 Rumusan Masalah	16
1.3 Tujuan Penelitian	16
1.4 Manfaat Penelitian	16
BAB 2 DASAR TEORI	17
2.1 Perseroan Terbatas (PT) Pertamina Asset 3	17
2.1.1 Struktur Organisasi PT. Pertamina EP Asset 3.....	17
2.1.2 Bagan Struktur Organisasi PT. Pertamina EP Asset 3.....	17
2.2 Laboratorium Migas PT. Pertamina EP Asset 3	18
2.2.1 Aktivitas Laboratorium Migas PT. Pertamina EP Asset 3	19
2.2.2 Bagan Struktur Organisasi Laboratorium Migas PT. Pertamina EP Asset 3.....	20
2.3 Air Formasi	20
2.3.1 Sifat Fisik Air Formasi.....	21
2.3.2 Sifat Kimia Air Formasi.....	23
2.4 Analisa Air Formasi	26
2.5 Metode Titrimetri.....	27
2.6 Kompleksometri.....	30
2.7 Validasi Metode	36

2.7.1 Linieritas	36
2.7.2 <i>Limit of detection</i> (LOD) dan <i>limit of quantification</i> (LOQ)	36
2.7.3 Presisi	37
2.7.4 Estimasi Ketidakpastian	37
2.7.5 % <i>Recovery</i>	38
BAB 3 METODOLOGI	39
3.1 Alat.....	39
3.2 Bahan	39
3.3 Prosedur Kerja	39
3.3.1 Pembuatan larutan NaOH 1N.....	39
3.3.2 Pembuatan larutan buffer salmiak.....	39
3.3.3 Pembuatan <i>indicator murexide</i>	40
3.3.4 Pembuatan <i>indicator EBT</i>	40
3.3.5 Pembuatan larutan Na ₂ EDTA 0,01 M.....	40
3.3.6 Penetapan kesadahan total dan kalsium	41
3.3.7 Pembuatan deret standar	41
3.3.8 Pengukuran sampel	42
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....	44
4.1 Preparasi Sampel Air Formasi	44
4.2 Penentuan Kesadahan Total Pada Air Formasi	44
4.2.1 Pembuatan kurva larutan standar	46
4.2.2 Penentuan linieritas	46
4.2.3 Penentuan LOD dan LOQ.....	48
4.2.4 Penentuan presisi kesadahan total dan kalsium	49
4.2.5 Penentuan% <i>Recovery</i>	51
4.2.6 Penentuan estimasi ketidakpastian.....	52
BAB 5 PENUTUP	55
5.1 Kesimpulan	55
5.2 Saran	55
DAFTAR PUSTAKA	56
LAMPIRAN.....	57

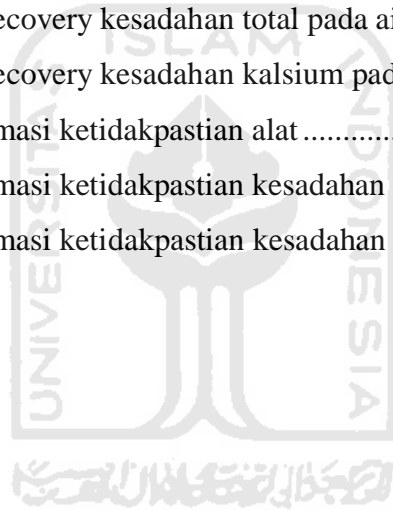
DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Bagan struktur organisasi PT. Pertamina EP Asset 3.....	18
Gambar 2.2 Bagan struktur organisasi Laboratorium.....	20
Gambar 2.3 Struktur <i>EDTA</i>	32
Gambar 2.4 Struktur <i>Eriochrome Black T</i>	34
Gambar 2.5 Struktur <i>Murexide</i>	35
Gambar 4.1 Grafik larutan standar CaCO_3 penentuan kesadahan total.....	47
Gambar 4.2 Grafik larutan standar CaCO_3 penentuan kesadahan kalsium.....	47
Gambar 4.3 Diagram tulang ikan penentuan kesadahan total.....	52
Gambar 4.4 Diagram tulang ikan penentuan kesadahan kalsium.....	53



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Unsur Utama dan Sifat-sifat Air dalam Lapangan Minyak	26
Tabel 4.1	Nilai LOD dan LOQ penentuan kesadahan total	48
Tabel 4.2	Nilai LOD dan LOQ penentuan kesadahan kalsium.....	48
Tabel 4.3	Penentuan kadar kesadahan total pada air formasi	49
Tabel 4.4	Penentuan kadar kesadahan kalsium pada air formasi.....	49
Tabel 4.5	Penentuan presis kesadahan total pada air formasi.....	50
Tabel 4.6	Penentuan presis kesadahan kalsium pada air formasi	50
Tabel 4.7	Penentuan % recovery kesadahan total pada air formasi.....	51
Tabel 4.8	Penentuan % recovery kesadahan kalsium pada air formasi	51
Tabel 4.9	Penentuan estimasi ketidakpastian alat	53
Tabel 4.10	Penentuan estimasi ketidakpastian kesadahan total	53
Tabel 4.11	Penentuan estimasi ketidakpastian kesadahan kalsium	54



VALIDASI METODE KESADAHAN TOTAL PADA AIR FORMASI SECARA TITRIMETRI DI PT. PERTAMINA EP ASSET 3 JATIBARANG FIELD

Nabilla Fadyah Migisya

Program Studi D III Analisis Kimia Fakultas MIPA Universitas Islam Indonesia
Jln. Kaliurang KM. 14,5 Ngemplak Sleman Yoyakarta
Email : 17231015@students.uii.ac.id

INTISARI

Telah dilakukan validasi metode kesadahan total pada sampel air formasi. Metode analisis yang digunakan adalah metode titrimetri dengan titrasi kompleksometri, dilakukan pengulangan delapan kali pada beberapa parameter, dengan perubahan volume sampel air formasi yang digunakan dan penggantian konsentrasi larutan standar CaCO_3 pada penentuan *% recovery* menjadi 1200 ppm. Hasil yang diperoleh pada penentuan kesadahan total dari beberapa parameter yang digunakan sebagai berikut, presisi dinyatakan sebesar 0,1, *%recovery* sebesar 102% , linieritas sebesar 1 , *Limit of Detection(LOD)* sebesar 18,97 mg/L , *Limit of Quantification (LOQ)* sebesar 63,26 mg/L. Hasil yang di peroleh pada penentuan kesadahan Ca dari beberapa parameter yang digunakan sebagai berikut, presisi dinyatakan sebesar 0,2 , *%recovery* sebesar 95,58% , linieritas sebesar 0,999, *Limit of Detection(LOD)* sebesar 32,78 mg/L , *Limit of Quantification (LOQ)* sebesar 109,27 mg/L . Hasil ketidakpastian diperluas pada penentuan kesadahan total sebesar 3,7782 mg/L, sedangkan hasil ketidakpastian diperluas pada penentuan kesadahan kalsium sebesar 1,5812 mg/L. Kontribusi penyumbang ketidakpastian terbesar diperoleh dari ketidakpastian presisi yaitu sebesar 99,98% dan 99,83%. Berdasarkan hasil yang diperoleh dapat dinyatakan metode yang digunakan menunjukkan nilai kebenaran dan akurasi yang baik sehingga dapat digunakan di laboratorium PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field.

Kata Kunci : air formasi, kesadahan total ,Ca, titrimetri, kompleksometri.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perseroan Terbatas (PT) Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field yaitu perusahaan yang menyelenggarakan kegiatan usaha di sektor hulu bidang minyak dan gas bumi, diantaranya seperti eksplorasi dan eksploitasi. Kegiatan di suatu sumur dapat menghasilkan 3 jenis fluida yaitu minyak, gas dan air. Salah satu air yang dihasilkan dari kegiatan produksi disuatu sumur adalah air formasi. Air formasi biasanya disebut dengan *oil field water* atau *connate water* atau *inertial water* adalah air yang ikut terproduksi bersama minyak dan gas. Air ini biasanya mengandung bermacam-macam garam dan asam. Air formasi hampir selalu ditemukan di dalam reservoir hidrokarbon karena memang dengan adanya air ini ikut menentukan terakumulasinya hidrokarbon di dalam suatu akumulasi minyak, air selalu menempati sebagian dari suatu reservoir, minimal 10% dan maksimal 100% dari keseluruhan pori. Air ini biasanya mengandung bermacam-macam garam dan asam. Dalam air formasi terdapat senyawa - senyawa seperti CaCO_3 , CaSO_4 dan BaSO_4 , senyawa-senyawa ini dapat larut dalam air. Keberadaan senyawa ini di dalam air dengan jumlah yang melebihi kelarutannya pada keadaan setimbang bisa menyebabkan deposit *scale*. Senyawa CaCO_3 merupakan bentuk adanya kesadahan total Ca dan Mg didalam air.

Kesadahan adalah suatu parameter kimia perairan untuk mengetahui kandungan mineral tertentu di dalam air, umumnya ion kalsium dan ion magnesium dalam bentuk garam karbonat. Air sadah atau air keras adalah air yang memiliki kadar mineral yang tinggi sedangkan air lunak adalah air yang memiliki kadar mineral yang rendah. Salah satu metode yang dapat digunakan untuk penentuan kesadahan air dengan metode titrimetri, menggunakan titrasi kompleksimetri yang telah valid. Prosedur pengujian ini mengacu pada SNI 06-6989.12-2004 tentang cara penentuan kesadahan total Ca dan Mg dengan perubahan konsentrasi sampel

dari 25 mL menjadi 2 mL dan perubahan konsentrasi larutan standar CaCO_3 dari 1 mg/mL (1000 ppm) menjadi 1200 ppm.

Titration kompleksometri dikenal sebagai titration yang meliputi reaksi pembentukan ion-ion kompleks ataupun pembentukan molekul netral yang terdisosiasi dalam larutan. Persyaratan mendasar terbentuknya kompleks adalah tingkat kelarutan tinggi (Khopkar, 2002).

Metode yang digunakan dalam laboratorium merupakan metode yang telah terkonfirmasi validitasnya. Pada pengujian ini terjadi perubahan volume sampel, bertujuan untuk mengurangi jumlah titran yang digunakan. Hasil penentuan kadar kesadahan total yang besar pada sampel air formasi menyebabkan perubahan konsentrasi larutan standar menjadi 1200 ppm.

Validasi metode pengujian adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Parameter pengujian yang dilakukan antara lain adalah presisi (keseksamaan), akurasi (kecermatan), spesifisitas, batas deteksi, batas kuantisasi, linearitas, rentang dan ketangguhan. Pemilihan parameter yang akan diuji tergantung dari jenis dan metode pengujian yang akan divalidasi. Parameter yang akan dilakukan pada penelitian ini adalah penentuan uji akurasi (%recovery), presisi (*repeatability*), linearitas, *Limit of Detection*(*LOD*), dan *Limit of Quantification* (*LOQ*)(ISO SNI/IEC 17025: 2008).

Validasi metode merupakan bentuk jaminan mutu hasil kepada pelanggan, bahwa metode yang digunakan telah terbukti baik sehingga hasil yang dikeluarkan oleh suatu lembaga pengujian adalah valid. Validasi metode dilakukan oleh laboratorium, karena dengan melakukan validasi dapat diketahui tingkat kepercayaan yang dihasilkan dari suatu metode pengujian.. Pada pengujian ini terdapat beberapa perubahan diantaranya perubahan volume sampel uji air formasi, dan penggunaan larutan standar untuk penentuan %recovery. Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang validasi metode penentuan kesadahan total dan kalsium pada sampel air formasi di PT. Pertamina Asset 3 Jatibarang field.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian masalah di atas, maka rumusan masalah yang dikaji pada tulisan ini adalah sebagai berikut:

1. Apakah metode penentuan kesadahan total dan kalsium pada air formasi valid dan dapat digunakan untuk pengujian rutin?
2. Bagaimana validasi metode kesadahan total pada air formasi berdasarkan parameter; nilai presisi, akurasi, linieritas, ketidakpastian pengukuran, *limit of detection (LOD)* dan *limit of quantification (LOQ)* ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya validasi metode kesadahan total pada air formasi antara lain ;

1. Dapat mengetahui metode yang digunakan merupakan metode yang valid dan dapat digunakan untuk pengujian validasi secara rutin.
2. Dapat mengetahui hasil validasi metode air formasi berdasarkan parameter validasi yang meliputi linieritas, presisi, % *recovery*, batas deteksi (LOD), batas kuantitasi (LOQ), dan ketidakpastian pengukuran.

1.4 Manfaat Penelitian

Pengujian ini diharapkan memberikan manfaat untuk menjamin bahwa prosedur yang digunakan valid sehingga dapat memberikan bukti yang objektif serta dapat digunakan sebagai pengujian validasi metode yang rutin dilakukan di Laboratorium PT. Pertamina Asset 3 Jatibarang Field.

BAB II

DASAR TEORI

2.1 PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field

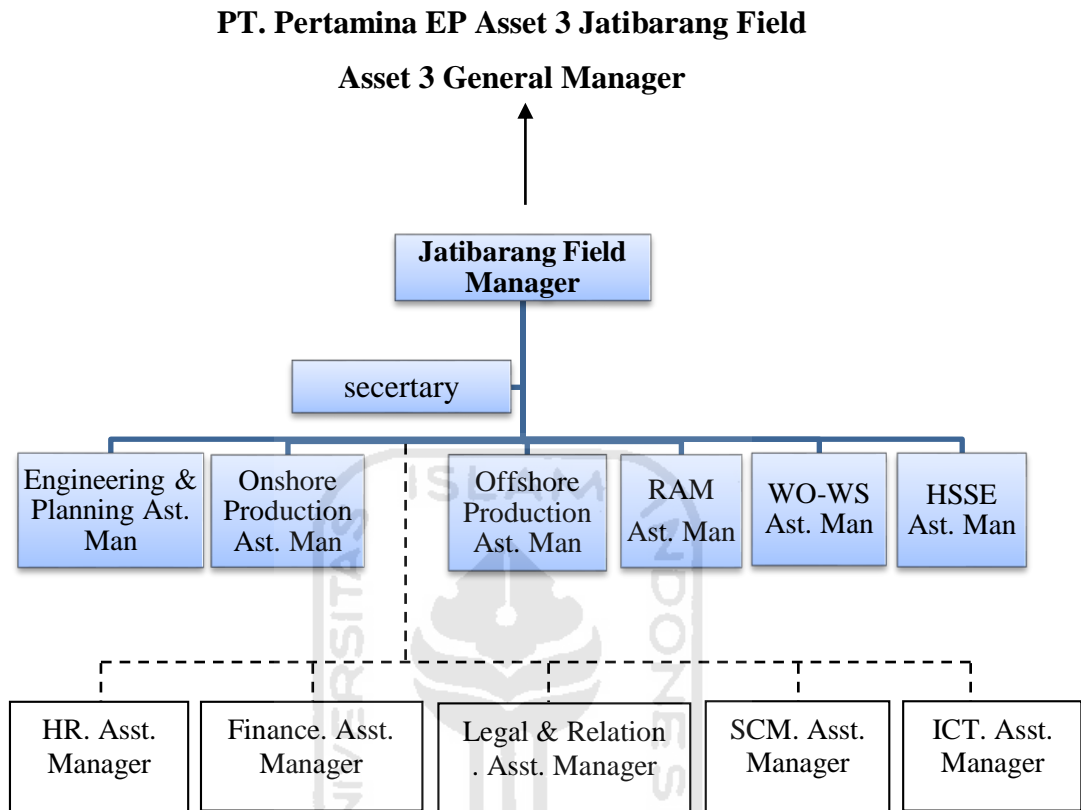
PT. Pertamina EP berdiri pada 13 September 2005 sebagai salah satu anak perusahaan PT. Pertamina (Persero) yang bergerak pada sektor hulu di bidang minyak dan gas dengan lingkup kerja meliputi eksplorasi dan eksploitasi serta kegiatan lain yang menunjang kegiatan usaha. Wilayah kerja PT. Pertamina EP dibagi menjadi 5 wilayah. Wilayah Asset 1 meliputi Rantau, Pangkalan Susu, Lirik, Jambi dan Ramba. Wilayah Asset 2 meliputi Prambulih, Pendopo, Limau dan Adera. Wilayah Asset 3 meliputi Jatibarang, Tambun dan Subang. Wilayah Asset 4 meliputi Cepu, Poleng, Donggi dan Papua. Wilayah Asset 5 meliputi Sangatta, Banyu, Tanjung, Sangasana dan Tarakan. PT. Pertamina EP memiliki visi menjadi perusahaan eksplorasi serta produksi minyak dan gas bumi kelas dunia serta misi perusahaan yaitu melaksanakan pengusahaan sektor hulu minyak dan gas dengan penekanan pada aspek komersial dan operasi yang baik serta tumbuh dan berkembang bersama lingkungan hidup. PT. Pertamina EP memiliki tata nilai/*value* dengan sebutan 6C yaitu *Clean* (bersih), *Competitive* (kompetitif), *Confident* (percaya diri), *Customer Focused* (fokus pada pelanggan), *Commercial* (komersial), dan *Capable* (berkemampuan).

2.1.1 Struktur Organisasi

Struktur Organisasi PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field oleh seorang manajer yang memimpin beberapa fungsi seperti Rencana Operasi, Produksi *Onshore*, Produksi *Offshore*, *Petroleum Engineer (PE)*, *Work Over and Well Service (WO&WS)*, *Reliability, Availability, and Maintenance (RAM)*, *Legal and Relation (L&R)*, dan *Health, Safety, Security, and Environment (HSSE)*.

2.1.2 Bagan Struktur Organisasi

Gambar berikut menunjukkan bagan struktur organisasi PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field :



Gambar 2.1 Bagan struktur organisasi PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field

2.2 Laboratorium Migas PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field

Laboratorium Migas berfungsi sebagai penunjang dalam kegiatan pemboran produksi Asset 3 Jatibarang Field dibawah naungan Fungsi *Engineering & Planning*. Laboratorium ini merupakan tempat menguji dan menganalisis hasil sumur PT. Pertamina EP. Laboratorium selain digunakan sebagai tempat uji dan analisis berfungsi sebagai tempat yang menyediakan atau menyajikan data yang diperlukan untuk kelancaran operasi lapangan dan menyediakan beberapa percobaan penelitian serta pengujian daya guna bahan kimia yang digunakan untuk operasi lapangan. Laboratorium Migas Jatibarang merupakan laboratorium yang telah terakreditasi ISO/IEC 17025: 2005.

2.2.1 Aktivitas Laboratorium

Aktivitas yang dilakukan dalam Laboratorium Migas Jatibarang terbagi menjadi 2, yaitu aktivitas utama dan aktivitas penunjang yang lain. Aktivitas utama yang dilakukan adalah analisis air, gas dan minyak. Analisis penunjang seperti analisis semen, lumpur pengeboran, kimia produksi dan umum.

Analisis air yang dilakukan dalam laboratorium meliputi analisis air formasi, air injeksi, air limbah, air bersih, dan air baku yang didapatkan dari beberapa sumur pada PT. Pertamina Asset 3 Jatibarang Field. Analisis air yang dilakukan dengan metode yang sesuai dengan peraturan yang sudah ditetapkan dengan parameter tertentu.

Analisis gas yang dilakukan dalam laboratorium ini meliputi kandungan gas, yang terbawa dari dalam sumur seperti kandungan gas C1 hingga C6. Analisis gas dilakukan dengan menggunakan kromatografi gas (*Gas Chromatography*) sehingga dari hasil pengukuran dapat diketahui kandungan C1 hingga C6 dari tabung gas tersebut. Komposisi tersebut dapat digunakan untuk mengetahui kegunaan gas selanjutnya seperti LPG. Analisis gas juga dilakukan untuk mengetahui kandungan H₂S yang terdapat dalam sampel, karena kandungan H₂S yang terlalu tinggi tidak baik bagi kesehatan pekerja maupun masyarakat sekitar.

Analisis minyak yang dilakukan meliputi minyak mentah yang didapatkan dari sumuran, kandungan yang dianalisa sesuai dengan peraturan yang telah ditetapkan. Menurut metode ASTM (*America Society for Testing and Materials*) ada beberapa parameter yang diukur seperti *pour point*, *flash point*, *specific gravity (SG)*, *salt content*, *sulphur content*, viskositas kinematik, dan sebagainya.

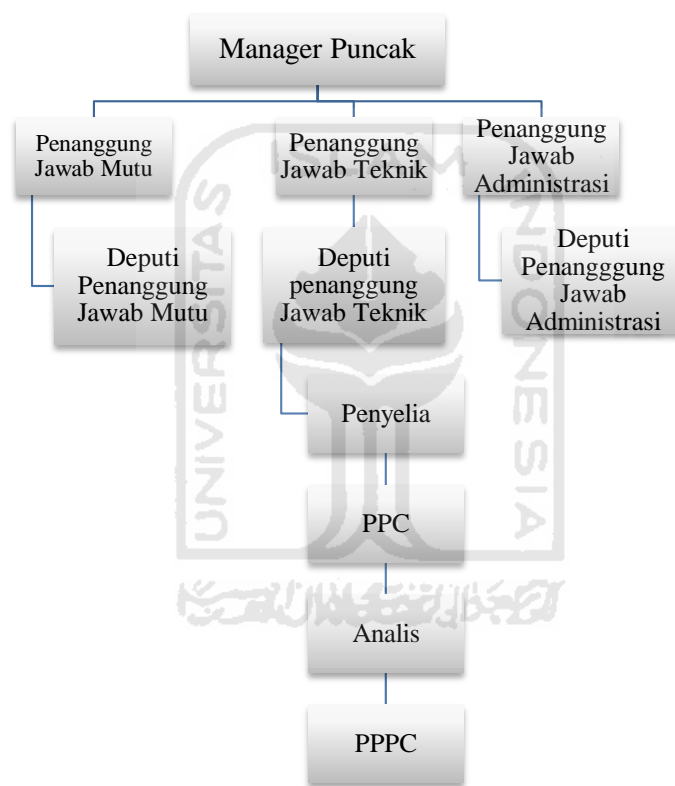
Analisis batuan dilakukan untuk memberikan data sifat petrofisik batuan reservoir yang dibutuhkan dalam perhitungan dan analisis di bidang reservoir. Batuan yang dianalisis dapat berasal dari batuan inti (*core*) dari hasil pengeboran inti, serbuk bor, dan pasir hasil dari perawatan sumur atau sewaktu sumur produksi.

Analisis semen dilakukan untuk memenuhi kriteria kualitas semen sesuai spesifikasi API 10A. Analisis semen meliputi uji kekuatan semen, uji daya tekan semen, dan lain-lain. Selain beberapa analisis tersebut, laboratorium *Petroleum*

Engineering melakukan analisis produk yang akan digunakan dalam laboratorium, seperti *additive lumpur*, pemecah emulsi (*demulsifier, emulsion, breaker*), *pour point dispersant, paraffin solvent, corrosion inhibitor, scale inhibitor*, dan sebagainya.

2.2.2 Bagan Struktur Organisasi Laboratorium

Gambar berikut menunjukkan bagan struktur organisasi di laboratorium PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field :



Gambar 2.2 Bagan struktur organisasi Laboratorium PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field

2.3. Air Formasi

Air formasi disebut dengan *oil field water* atau *connate water* atau *inertial water* adalah air yang ikut terproduksi bersama-sama dengan minyak dan gas. Air formasi terletak dikedalaman 1000 meter dibawah zona minyak. Air ini biasanya

mengandung bermacam-macam garam dan asam. Air formasi sering kali ditemukan di dalam reservoir hidrokarbon karena dengan adanya air formasi ikut menentukan terakumulasinya hidrokarbon dalam akumulasi minyak, air selalu menempati sebagian dari suatu reservoir, minimal 10% dan maksimal 100% dari keseluruhan pori. Dalam air formasi terdapat senyawa-senyawa seperti CaCO_3 , CaSO_4 dan BaSO_4 . Senyawa-senyawa ini dapat larut dalam air. Keberadaan senyawa tersebut di dalam air dengan jumlah yang melebihi kelarutannya pada keadaan setimbang bisa menyebabkan deposit *scale*. Faktor utama yang berpengaruh besar pada kelarutan senyawa-senyawa pembentuk *scale* ini adalah kondisi fisik dari air formasi tersebut (Halimatuddahlia,2003).

2.3.1 Sifat Fisik Air Formasi

2.3.1.1 Densitas Air Formasi (ρ_w)

Densitas air formasi dinyatakan dalam massa per volume, *specific volume* yang dinyatakan dalam volume per satuan massa dan *specific gravity*, yaitu densitas air formasi pada suatu kondisi tertentu yaitu pada tekanan 14,7 psi dan temperatur 60°F. Berat jenis formasi pada reservoir dapat dilakukan dengan membagi berat jenis formasi pada kondisi standar dengan faktor volume formasi dan perhitungan itu dapat dilakukan bila air formasi jenuh terhadap gas alam pada kondisi reservoir.

2.3.1.2 Viskositas Air Formasi (μ_w)

Viskositas air formasi tergantung pada tekanan, temperatur dan salinitas yang dikandung air formasi tersebut. Viskositas air formasi akan naik terhadap turunnya temperatur dan kenaikan tekanan. Kegunaan kekentalan air formasi pada kondisi reservoir terutama untuk mengontrol gerakan air formasi di dalam reservoir.

2.3.1.3 Faktor Volume Formasi Air Formasi (B_w)

Faktor volume formasi menunjukkan perubahan volume air formasi dari kondisi reservoir ke kondisi permukaan. Faktor volume formasi air formasi ini dipengaruhi oleh tekanan dan temperatur, yang berkaitan dengan pembebasan gas dan air dengan turunnya tekanan, pengembangan air dengan turunnya tekanan dan penyusutan air dengan turunnya suhu.

2.3.1.4 Kompresibilitas Air Formasi (Cw)

Kompresibilitas air formasi didefinisikan sebagai perubahan volume yang disebabkan oleh adanya perubahan tekanan yang mempengaruhinya. Besarnya kompresibilitas air murni tergantung pada tekanan, temperatur dan kadar gas terlarut dalam air.

2.3.1.5 Resistivitas

Air garam yang memiliki konsentrasi yang tinggi akan dapat mengalirkan listrik dengan mudah dibandingkan dengan air tawar. Dalam suatu lapisan batuan, pori batuan tersebut akan terisi oleh hidrokarbon dan air formasi. Zona air dominan pada suatu lapisan batuan akan memiliki konduktivitas lebih tinggi atau resistivitas rendah dibanding pada zona hidrokarbon yang dominan. Konduktivitas merupakan gambaran numerik dari kemampuan air untuk meneruskan listrik. Oleh karena itu, semakin banyak garam-garam terlarut dapat terionisasi, semakin tinggi pula nilai daya hantar listriknya reaktivitas, bilangan valensi dan konsentrasi ion-ion terlarut sangat berpengaruh terhadap nilai konduktivitas. Asam, basa dan garam merupakan penghantar listrik yang baik sedangkan bahan organik misalnya sukrosa dan benzena yang tidak dapat mengalami disosiasi merupakan penghantar listrik yang buruk. Daya hantar listrik berhubungan erat dengan nilai padatan total terlarut.

2.3.1.6 pH

Nilai pH dari air adalah suatu parameter yang mempengaruhi daya larut zat-zat mineral, kemampuan air untuk membentuk kerak atau *scale* atau menyebabkan korosi logam dan air. Pengukuran pH dapat dilakukan dengan cara elektrometri atau kolorimetri, tetapi cara elektrometri adalah cara pengukuran yang paling cocok untuk air lapangan minyak karena tidak dipengaruhi oleh larutan-larutan yang berwarna atau tidak tembus cahaya. Metode elektrometrik berdasarkan pada pengukuran perbedaan potensial antara sebuah *indicator electrode* dengan suatu standar elektroda yang banyak digunakan adalah *glasselectrode* dan *calomel electrode*. Nilai pH lebih kecil dari 7 berarti memiliki sifat asam, namun apabila pH lebih dari 7 berarti memiliki sifat basa. Besar kecilnya pH akan mempengaruhi

korosifitas air. Jika semakin kecil pH, maka air makin asam sehingga air akan semakin korosif dan kecenderungan pembentukan scale semakin kecil (Patton, 1995).

2.3.1.7 Padatan Total, Terlarut dan Tersuspensi

Padatan total merupakan bahan yang tersisa setelah air sampel mengalami evaporasi dan pengeringan pada suhu tertentu. Kandungan total bahan terlarut dan tersuspensi dalam air dianggap sebagai residu. Pada penentuan ini, sebagian besar bikarbonat yang merupakan anion utama di perairan telah mengalami transformasi menjadi karbon dioksida sehingga karbondioksida dan gas-gas lain yang menghilang pada saat pemanasan tidak tercakup dalam nilai padatan total. Padatan total tersuspensi adalah bahan-bahan yang tersuspensi (diameter > 1 μm) yang bertahan pada saringan *milipore* dengan diameter pori 0,45 μm . Padatan total tersuspensi terdiri atas lumpur dan pasir halus serta jasad-jasad renik yang terutama disebabkan oleh kikisan tanah atau erosi tanah yang terbawa ke badan air. *Settleable Solid* adalah jumlah padatan tersuspensi yang dapat diendapkan selama periode waktu tertentu dalam wadah berbentuk kerucut terbalik (*imhoff cone*), padatan total terlarut atau TDS adalah bahan-bahan terlarut (diameter < 10⁻⁶) dan koloid (diameter 10⁻⁶ mm - 10⁻³) yang berupa senyawa-senyawa bahan kimia dan bahan-bahan lain yang tidak tersaring pada kertas saring berdiameter 0,45 μm . Padatan total terlarut biasanya disebabkan oleh bahan anorganik yang berupa ion-ion yang biasa ditemukan di perairan (Rao, 1992).

2.3.1.8 Kelarutan Gas dalam Air

Kelarutan gas dalam air formasi lebih kecil jika dibandingkan dengan kelarutan gas dalam minyak pada kondisi tekanan dan temperatur yang sama. Pada temperatur yang tetap, kelarutan gas dalam air formasi akan naik dengan naiknya tekanan. Kelarutan gas alam dalam air asin akan berkurang dengan bertambahnya kadar garam. Kelarutan gas alam dalam air formasi akan berkurang dengan naiknya berat jenis gas (Patton, 1995).

2.3.2 Sifat Kimia Air Formasi

Air yang ada di dalam formasi akan melarutkan komponen-komponen batuan yang akan menjadi penyusun senyawa-senyawa kimia dalam air formasi, yaitu dari ion-ion kation dan anion.

2.3.2.1 Anion

Anion merupakan atom netral yang telah mendapatkan electron ke kulit valensinya yang memiliki muatan negatif. Anion yang terkandung dalam air formasi yaitu CO_3^{3-} , OH^- , HCO_3^- , SO_4^{4-} dan Cl^- (Patton, 1995).

2.3.2.2 Kation

Kation merupakan atom netral yang telah kehilangan elektron dari kulit valensinya dan memiliki muatan positif. Kation yang terkandung dalam air formasi yaitu Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Ba^{2+} dan Sr^{2+} (Patton, 1995).

2.3.2.3 Alkalinitas

Alkalinitas adalah suatu parameter kimia perairan yang menunjukkan jumlah ion karbonat dan bikarbonat yang mengikat logam golongan alkali tanah. Penentuan alkalinitas CO_3^{3-} , OH^- dan HCO_3^- dilakukan ditempat pengambilan contoh, karena ion-ion ini tidak stabil atau dapat mengurai seiring dengan perubahan waktu dan suhu. Penentuan kadar barium (Ba) harus dilakukan segera setelah contoh diterima, karena unsur BaSO_4 terbatas kelarutannya, karena reaksi barium cepat dengan Sulfat akan mengurangi konsentrasi barium dan akan menimbulkan kesalahan dalam penelitian. Selain dengan barium, sulfat juga cepat bereaksi dengan kalsium menjadi kalsium sulfat ada saat suhu turun. Untuk mengetahui air formasi secara cepat dan praktis digunakan system klarifikasi dari air formasi. Hal ini dapat memudahkan pengerjaan pengidentifikasian sifat-sifat air formasi. Nilai ini menggambarkan kapasitas air untuk menetralkan asam atau biasa juga diartikan sebagai kapasitas penyangga terhadap perubahan pH. Perairan mengandung alkalinitas lebih dari sama dengan 20 ppm menunjukkan bahwa perairan tersebut relatif stabil terhadap perubahan asam atau basa sehingga kapasitas buffer atau basa lebih stabil. Selain bergantung pada pH, alalalinitas juga dipengaruhi oleh komposisi mineral, suhu dan kekuatan ion. Nilai alkalinitas alami tidak pernah melebihi 500mg/liter. Perairan dengan nilai alkalinitas yang terlalu

tinggi tidak terlalu disukai oleh organisme akuatik karena biasanya diikuti dengan nilai kesadahan yang tinggi atau kadar garam natrium yang tinggi.

Dalam kebanyakan air alami alkalinitas disebabkan oleh adanya HCO_3^- dan sedikit oleh adanya CO_3^{2-} dan air dengan alkalinitas tinggi mempunyai konsentrasi karbon organik yang tinggi. Dalam media pH rendah, ion hidrogen dalam air akan mengurangi alkalinitas (Achmad.2004).

Alkalinitas pada air disebabkan adanya sejumlah ion-ion yang berlainan tetapi biasanya dihubungkan dengan keberadaan ion ion bikarbonat, karbonat dan hidroksida. Metode uji yang umumnya digunakan untuk menentukan alkalinitas ini adalah dengan cara penitiran percontoh dengan suatu asam standar menggunakan indikator *Phenolphthalein* dan *Methyl Orange*

. Titik akhir titrasi tersebut menunjukkan nilai pH kurang lebih 8,1 untuk indikator PP dan 4,5 untuk indikator MO. Alkalinitas air sampai titik akhir dengan indikator PP disebabkan adanya hidroksida dan setengah karbonat, sedangkan dengan indikator MO mungkin disebabkan adanya ion-ion lain yang memberikan kontribusi pada alkalinitas air tersebut seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1. (Patton.1995).

Tabel 2.1 Unsur Utama dan Sifat-sifat Air dalam Lapangan Minyak (Patton.1995)

<i>Cation</i>	<i>Anion</i>	<i>Other Properties</i>
<i>Sodium (Na⁺)</i>	<i>Chloride (Cl⁻)</i>	<i>pH</i>
<i>Calcium (Ca⁺⁺)</i>	<i>Sulfat (SO₄²⁻)</i>	<i>Bacterial Population</i>
<i>Magnesium (Mg⁺⁺)</i>	<i>Bicarbonate (HCO₃⁻)</i>	<i>Suspended Solids</i>
<i>Ion (Fe⁺⁺) & Fe⁺⁺⁺)</i>	<i>Carbonate (CO₃²⁻)</i>	<i>Turbidity</i>
<i>Barium (Ba⁺⁺)</i>		<i>Water Quality</i>
<i>Strontium (Sr⁺⁺)</i>		<i>Dissolved Oxygen</i>
		<i>Dissolved Carbon Dioxide</i>
		<i>Total Sulfides as H₂ S</i>
		<i>Oil Content</i>
		<i>Temperature</i>
		<i>Total Dissolved Solid</i>
		<i>Specific Gravity</i>
		<i>Resistivity (Conductivity)</i>
		<i>Silica</i>

2.4 Analisa Air Formasi

Dalam melakukan analisa air formasi ada beberapa metodologi penelitian diantaranya, yaitu :

- a. Survei dan pengambilan contoh air terproduksi, survei dilakukan untuk mengumpulkan data komposisi kimia dan pengambilan percontoh air terproduksi atau *scale* yang ada di lapangan-lapangan minyak.
- b. Analisis Kimia, Analisis kimia dilakukan untuk menentukan kandungan mineral atau ion terlarut pada percontoh atau pada endapan *scale* yang sudah diambil pada waktu survei. Untuk mengurangi pengaruh lingkungan pada percontoh yang diambil analisa diusahakan dilakukan on site.
- c. Analisis Tendensi Evaluasi pembentukan *scale* difokuskan pada *scale* jenis CaCO₃, CaSO₄ dan BaSO₄

Kegunaan utama dari analisa air formasi yaitu memperkirakan kemungkinan terjadinya kerusakan formasi dari injeksi air formasi pada *projek water flooding* , memperkirakan *formasiscale* di permukaan dan peralatan *downhole*,

memperkirakan dan memantau adanya korosi, memantau efisiensi *system water treatment* , mendiagnosa permasalahan-permasalahan yang ada di lapangan minyak dan mengidentifikasi formasi (Patton, 1995).

2.5 Metode titrimetri

Metode titrimetri yang dikenal sebagai metode volumetri merupakan analisis kuantitatif yang didasarkan pada prinsip stoikiometri reaksi kimia. Dalam setiap metode titrimetri selalu terjadi reaksi kimia antara komponen analit dengan zat pendeteksi yang disebut titran. Analit adalah komponen dari dari larutan sampel yang hendak ditetapkan kuantitasnya. Titran adalah larutan standar yang telah diketahui dengan tepat konsentrasinya. Reaksi kimia yang mungkin diperlukan sebagai basis dari penentuan titrimetri telah dikelompokkan kedalam empat tipe :

1. Asam-basa, ada sejumlah besar asam basa yang dapat ditentukan oleh titrimetrik. Titran pada umumnya adalah larutan standar dari elektrolit kuat, seperti natrium hidroksida dan asam klorida;
2. Oksidasi-reduksi (redoks), reaksi kimia yang melibatkan oksidasi-reduksi dipergunakan secara luas dalam analisis titrimetrik. Sebagai contoh, besi dengan tingkat oksidasi +2 dapat dititrasi dengan sebuah larutan standar dari serum (IV) sulfat.
3. Pengendapan, dari kation perak dengan anion halogen dipergunakan secara luas dalam prosedur titrimetrik.
4. Pembentukan kompleks, contoh dari reaksi dimana terbentuk suatu kompleks stabil ion perak dan sianida (Day,1999).

Titrasi adalah suatu pengukuran volume larutan dari suatu reaktan yang dibutuhkan untuk bereaksi sempurna dengan sejumlah reaktan. Titrasi digunakan untuk mengukur volume larutan yang ditambahkan pada suatu larutan yang telah diketahui volumenya. Biasanya konsentrasi dari salah satu larutan dikenal sebagai larutan standar, yang telah diketahui dengan tepat. Dalam titrasi asam basa perubahan pH sangat kecil hingga hampir tercapai titik ekuivalen. Titik ekuivalen

adalah titik pada saat asam dan basa tepat ekuivalen. Pada saat tercapai titik ekuivalen penambahan sedikit asam atau basa akan menyebabkan perubahan pH sangat besar. Perubahan pH yang besar ini sering kali dideteksi dengan zat yang dikenal sebagai indikator, yaitu suatu senyawa (organik) yang akan berubah warnanya dalam rentang pH tertentu. Titik atau kondisi penambahan asam atau basa dimana terjadi perubahan warna indikator dalam suatu titrasi dikenal sebagai titik akhir titrasi (Day,2004). Analisis dengan metode titrimetri didasarkan pada reaksi kimia seperti:



dimana a molekul analit A bereaksi dengan t molekul pereaksi T. Pereaksi T disebut sebagai titran ditambahkan secara kontinu biasanya dari sebuah buret dalam wujud larutan yang konsentrasinya diketahui. Larutan ini disebut larutan standar dan konsentrasinya ditentukan dengan sebuah proses yang dinamakan standarisasi. Penambahan dari titran tetap dilakukan sampai jumlah T secara kimiawi sama dengan yang telah ditambahkan kepada A. Selanjutnya akan dikatakan titik ekuivalen dari titrasi telah dicapai. Agar diketahui kapan harus berhenti menambahkan titran, kimiawan menggunakan bahan kimia yaitu indikator (Day,1999). Ketepatan analit yang dianalisis berbagai reaksi yang terlibat dalam metode titrimetri harus memenuhi 4 (empat) persyaratan pokok yang meliputi:

1. Reaksi kimia yang berlangsung harus mengikuti persamaan reaksi tertentu dan tidak ada reaksi sampingnya, sehingga prinsip stoikiometri untuk penetapan hasil reaksi dapat dirumuskan dengan tepat;
2. Reaksi pembentukan produk dapat berlangsung sempurna pada titik akhir titrasi, atau dengan kata lain tetapan kesetimbangan reaksinya sangat besar;
3. Harus ada metode yang tepat untuk menetapkan titik ekuivalen. Indikator atau perangkat instrumen yang tepat harus mampu memberikan tanda-tanda yang jelas pada saat tercapainya titik ekuivalen;

4. Reaksi yang terlibat harus berlangsung cepat, sehingga proses titrasi hanya berlangsung dalam beberapa menit, titik ekuivalen segera diketahui dengan cepat.

Standarisasi adalah proses penentuan konsentrasi larutan secara akurat. Suatu larutan standar dapat dipersiapkan dengan menguraikan suatu sampel dari zat terlarut yang diinginkan dan menimbang secara akurat dalam suatu larutan yang volumenya diukur secara akurat. Metode ini tidak dapat diterapkan, karena jarang reagen kimiawi diperoleh dalam bentuk murni untuk memenuhi kebutuhan dalam hal keakuratan. Segelintir substansi yang memadai untuk hal ini disebut standar primer. Lebih umum lagi, sebuah larutan distandarisasi dengan titrasi, dimana larutan tersebut bereaksi dengan sejumlah standar primer dimana sebelumnya larutan tersebut telah ditimbang (Day,1999).

Metode titrimetri tergantung pada larutan standar yang mengandung sejumlah reagen persatuan volume larutan dengan ketetapan yang tinggi. Konsentrasi dinyatakan dalam normalitas (g.ek/l). Larutan standar disiapkan dengan menimbang reagen murni secara tepat, karena tidak semua standar tersedia dalam keadaan murni. Oleh karena itu dikenal standar primer, yaitu zat yang tersedia dalam komposisi kimia yang jelas dan murni. Larutan tersebut hanya bereaksi pada kondisi kimia yang jelas dan murni. Larutan tersebut hanya bereaksi pada kondisi titrasi dan tidak melakukan reaksi sampingan (Khopkar,2010).

Larutan standar yang digunakan sebagai titran harus diketahui dengan tepat konsentrasinya. Larutan standar dibuat dengan cara melarutkan sejumlah bahan kimia dengan berat tertentu pada sejumlah pelarut tertentu yang sesuai. Cara ini dapat dengan mudah dilakukan, tetapi hasilnya kurang tepat, karena hanya sedikit jenis zat kimia bahan titran yang diketahui dalam keadaan murni. Zat kimia yang benar-benar murni bila ditimbang dengan tepat dan dilarutkan dalam sejumlah tertentu pelarut yang sesuai menghasilkan larutan standar primer. Larutan standar lain yang ditetapkan konsentrasinya melalui titrasi dengan menggunakan larutan

standar primer dikenal sebagai larutan standar sekunder (Ibnu,2004). Standar primer harus mempunyai karakteristik sebagai berikut:

1. Tersedia dalam bentuk murni, atau dalam suatu tingkat kemurnian yang diketahui, pada suatu tingkat biaya yang logis. Secara umum, jumlah total dari pengotor tidak boleh melebihi 0,01 sampai 0,02% dan harus dilakukan tes untuk mendeteksi kuantitas pengotor-pengotor tersebut melalui tes kualitatif dengan sensitivisme yang diketahui.
2. Substansi tersebut harus stabil. Mudah dikeringkan dan tidak terlalu higroskopis sehingga tidak banyak menyerap air selama penimbangan. Substansi tersebut seharusnya tidak kehilangan berat bila terpapar udara.
3. Mempunyai berat ekuivalen yang cukup tinggi agar dapat meminimalisasi konsekuensi galat pada saat penimbangan.

2.6 Kompleksometri

Titrasi kompleksometri merupakan titrasi berdasarkan pembentukan persenyawaan kompleks (ion kompleks atau garam yang sukar mengion). Kompleksometri suatu jenis titrasi dimana titran dan titrat saling mengkompleks, membentuk hasil berupa kompleks. Salah satu tipe reaksi kimia yang berlaku sebagai dasar penentuan titrimetri melibatkan pembentukan (formasi) kompleks atau ion kompleks yang larut namun sedikit terdisosiasi. Kompleks yang dimaksud adalah kompleks yang dibentuk melalui reaksi ion logam, sebuah kation, dengan sebuah anion atau molekul netral (Basset, 1994).

Titrasi kompleksometri dikenal sebagai reaksi yang meliputi reaksi pembentukan ion-ion kompleks ataupun pembentukan molekul netral yang terdisosiasi dalam larutan. Persyaratan mendasar terbentuknya kompleks adalah tingkat kelarutan tinggi. Selain titrasi kompleks, dikenal pula kompleksometri yang sebagai titrasi kelatometri, seperti yang menyangkut penggunaan EDTA (Khopkar,

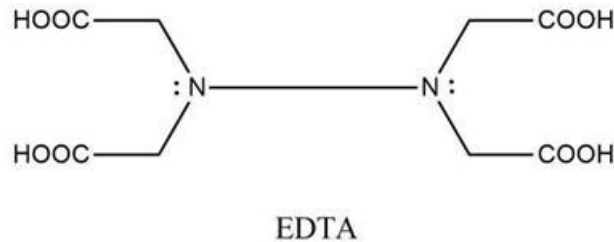
2002). Macam - macam titrasi yang digunakan dalam kompleksometri, antara lain :

1. Titrasi langsung yaitu titrasi yang digunakan untuk ion-ion yang tidak mengendap pada pH titrasi, reaksi pembentukan kompleksnya berjalan cepat. Contoh penentuannya ialah untuk ion-ion Mg, Ca, dan Fe.
2. Titrasi kembali yaitu titrasi yang digunakan untuk ion-ion logam yang mengendap pada pH titrasi, reaksi pembentukan kompleksnya berjalan lambat. Contoh penentuannya ialah untuk penentuan ion Ni.
3. Titrasi penggantian atau titrasi substitusi adalah titrasi yang ini digunakan untuk ion-ion logam yang tidak bereaksi sempurna dengan indikator logam yang membentuk kompleks EDTA yang lebih stabil dari pada kompleks ion-ion logam lainnya, contoh penentuannya ialah untuk ion-ion Ca dan Mg.
4. Titrasi tidak langsung Titrasi ini dilakukan dengan cara, yaitu :
 - Titrasi kelebihan kation pengendap (contoh: penetapan ion sulfat, dan fosfat).
 - Titrasi kelebihan kation pembentuk senyawa kompleks (contoh: penetapan ion sianida) (Basset al., 1994).

Asam etilen diamin tetra asetat (EDTA) merupakan salah satu jenis asam amina polikarboksilat. EDTA adalah ligan seksidentat yang dapat berkoordinasi dengan suatu ion logam lewat kedua nitrogen dan keempat gugus karboksil-nya atau disebut ligan multidentat yang mengandung lebih dari dua atom koordinasi per molekul, misalnya asam 1,2-diamino etana tetra asetat (asam etilena diamina tetra asetat, EDTA) yang mempunyai dua atom nitrogen penyumbang dan empat atom oksigen penyumbang dalam molekul (Rival, 1995).

EDTA dapat membentuk senyawa kompleks yang baik dengan sejumlah besar ion logam sehingga EDTA merupakan ligan yang tidak selektif. Dalam larutan yang agak asam, dapat terjadi protonasi parsial EDTA tanpa pematangan sempurna kompleks logam, yang menghasilkan spesies seperti Cu. Ternyata bila

beberapa ion logam yang ada dalam larutan tersebut maka titrasi dengan EDTA akan menunjukkan jumlah semua ion logam yang ada dalam larutan tersebut (Harjadi, 1993).



Gambar 2.3 Struktur EDTA

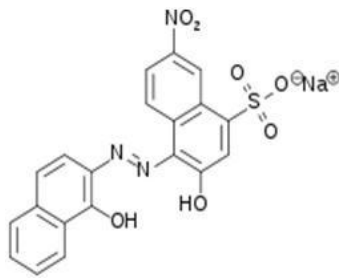
Prinsip dan dasar reaksi penentuan ion-ion logam secara titrasi kompleksometri umumnya digunakan komplekson III (EDTA) sebagai zat pembentuk kompleks khelat, dimana EDTA bereaksi dengan ion logam yang polivalen seperti Al^{+3} , Bi^{+3} , Ca^{+2} , dan Cu^{+2} membentuk senyawa atau kompleks khelat yang stabil dan larut dalam air.

Faktor-faktor yang menyebabkan EDTA berfungsi sebagai pereaksi titrimetri adalah selalu membentuk kompleks ketika direaksikan dengan ion logam, kestabilannya dalam membentuk kelat sangat konstan sehingga reaksi berjalan sempurna (kecuali dengan logam alkali), dapat bereaksi cepat dengan banyak jenis ion logam, telah dikembangkan indikatornya secara khusus, mudah diperoleh bahan baku primernya dan dapat digunakan baik sebagai bahan yang dianalisis maupun sebagai bahan untuk standarisasi. Selektivitas kompleks dapat diatur dengan pengendalian pH, misalnya Mg, Ca, Cr, dan Ba dapat dititrasi pada pH = 11 EDTA (Khopkar, 2002).

Titrasi dilakukan dengan penambahan indikator yang berguna sebagai tanda tercapai titik akhir titrasi. Ada lima syarat suatu indikator ion logam dapat digunakan pada pendeteksian visual dari titik-titik akhir yaitu reaksi warna harus sedemikian sehingga sebelum titik akhir, bila hampir semua ion logam telah

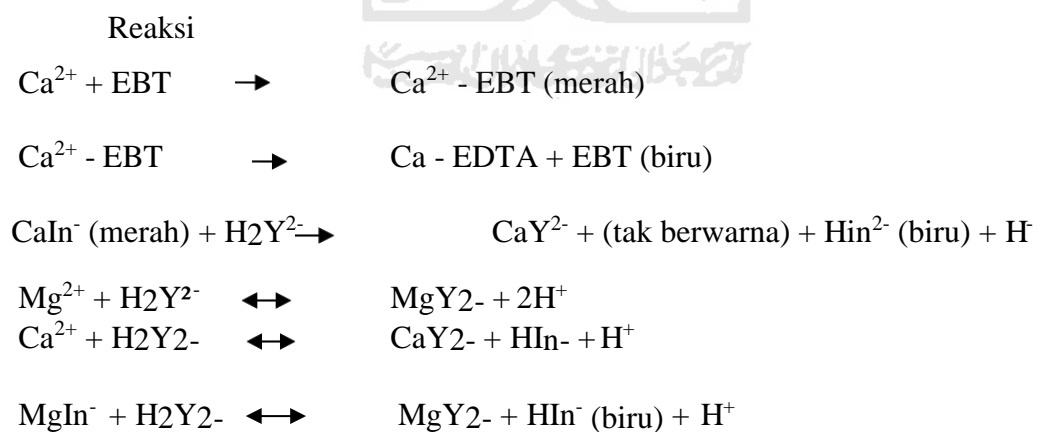
berkompleks dengan EDTA, larutan akan berwarna kuat. Kedua, reaksi warna itu haruslah spesifik (khusus), atau sedikitnya selektif. Ketiga, kompleks-indikator logam itu harus memiliki kestabilan yang cukup agar diperoleh perubahan warna yang tajam. Namun, kompleks – indikator logam itu harus kurang stabil dibanding kompleks logam – EDTA untuk menjamin agar pada titik akhir, EDTA memindahkan ion-ion logam dari kompleks-indikator logam ke kompleks logam-EDTA harus tajam dan cepat. Kelima, kontras warna antara indikator bebas dan kompleks – indikator logam harus sedemikian sehingga mudah diamati. Indikator harus sangat peka terhadap ion logam sehingga perubahan warna terjadi sedikit mungkin dengan titik ekuivalen. Terakhir, penentuan Ca dan Mg dapat dilakukan dengan titrasi EDTA, pH untuk titrasi adalah 10 dengan indikator eriochrome black T (Basset, 1994). Keunggulan EDTA adalah mudah larut dalam air, dapat diperoleh dalam keadaan murni, EDTA banyak dipakai dalam melakukan percobaan kompleksometri. Namun, karena adanya jumlah air yang tak tentu, sebaiknya EDTA distandarisasikan dahulu. Sebagian besar titrasi kompleksometri mempergunakan indikator yang juga bertindak sebagai pengompleks dan tentu saja kompleks logamnya mempunyai warna yang berbeda dengan pengompleksnya sendiri. Indikator demikian disebut indikator metalokromat. Indikator jenis ini contohnya adalah *Eriochrome black T*, *pyrocatechol violet*, *xylenol orange*, *calmagit*, 1-(2-piridil-azonaftol), PAN, *zincon*, asam salisilat, *metafalein* dan *calcein blue* (Khopkar, 2002).

Indikator logam adalah suatu indikator terdiri dari suatu zat yang umumnya senyawa organik satu atau beberapa ion logam yang dapat membentuk senyawa kompleks yang warnanya berlainan dengan warna indikatornya dalam keadaan bebas. Warna indikator asam basa akan tergantung, pada pH larutannya, sedangkan warna indikator logam sampai batas tertentu bergantung pada pM. Oleh karena itu indikator logam sering disebut sebagai "*pM-slusive indicator*" atau *metalochrome-indikator* (syafei, 1998). Beberapa macam indikator logam yang digunakan adalah sebagai berikut :



Gambar 2.4 Struktur Eriochrome Black T

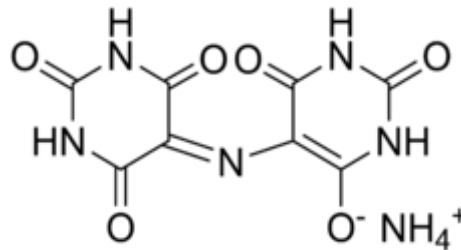
Eriochrome Black T merupakan indikator kompleksometri yang merupakan bagian dari titrasi kompleksometri, misalnya dalam proses penentuan kekerasan air. Ini adalah *dye*. *It azo* juga dikenal sebagai *ET-00*. *Eriochrome Black T* berubah warna menjadi merah ketika membentuk kompleks dengan kalsium, magnesium, atau ion logam lainnya. Rumus kimianya dapat ditulis sebagai $\text{HOC}_{10}\text{H}_6\text{N} = \text{NC}_{10}\text{H}_4(\text{OH})(\text{NO}_2)\text{SO}_3\text{Na}$. Ketika digunakan sebagai indikator dalam titrasi EDTA, akhir biru karakteristik titik-tiba saat EDTA telah mencapai titik akhir titrasi dan membentuk kompleks ion logam dengan EDTA. *Eriochrome Black T* digunakan untuk mendeteksi keberadaan logam tanah. Kelemahan indikator ini, tak stabil dalam larutan, sehingga larutan tidak dapat disimpan lama. Reaksi yang terjadi sebagai berikut :



Keterangan :

H_2Y^{2-} diartikan sebagai Na_2EDTA

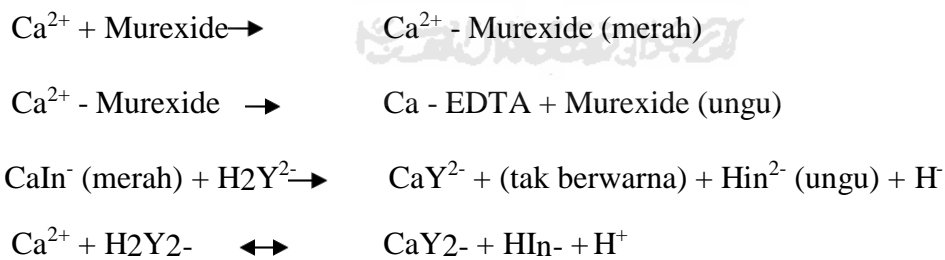
Selain *Eriochrome Black T* indikator yang digunakan ialah indikator *Murexide*.



Gambar 2.5 Struktur *Murexide*.

Indikator *Murexide* bereaksi dengan logam akan berwarna merah muda dan titik akhir titrasi menunjukkan warna ungu. Seperti halnya *Calcon*, *Murexide* digunakan untuk titrasi penetapan Ca pada pH tinggi, pH 12-13 tanpa gangguan ion Mg⁺⁺. Pada penentuan Ca tidak diperlukan Masking Agent untuk menentukan kesadahan Ca karena ion Mg dan logam lainnya tidak mengganggu pada pH diatas 11. Logam-logam tadi mengendap dalam bentuk hidroksida. Reaksi yang terjadi sebagai berikut :

Reaksi



Keterangan :

H₂ Y²⁻ diartikan sebagai Na₂ EDTA

Kesulitan yang timbul dari kompleks yang lebih rendah dapat dihindari dengan penggunaan bahan pengkelat sebagai titran. Bahan pengkelat yang mengandung baik oksigen maupun nitrogen secara umum efektif dalam membentuk kompleks-kompleks yang stabil dengan berbagai macam logam. (Harjadi,1993).

2.7 Validasi Metode

Validasi adalah konfirmasi melalui bukti-bukti pemeriksaan dan telah sesuai dengan tujuan pengujian. Validasi harus dilakukan terhadap metode non-standar dan metode yang dikembangkan laboratorium. Beberapa parameter untuk menentukan validasi suatu metode antara lain presisi, linearitas, selektivitas, batas deteksi (LOD), batas kuantitasi (LOQ), %recovery, estimasi ketidakpastian pengukuran, dan stabilitas (Riyanto, 2016).

2.7.1 Linieritas

Linieritas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variansi arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik data yang diperoleh dari hasil uji analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit. Perlakuan matematik linearitas adalah melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit, data yang diperoleh diolah melalui transformasi matematik dulu sebelum dibuat analisis regresinya. Parameter yang digunakan untuk mengetahui adanya hubungan linier, maka digunakan koefisien korelasi (r) pada analisis regresi linier $y = ax+b$, b = intersep atau kemiringan kurva kalibrasi dan a = slope atau perpotongan terhadap sumbu y (Tahir, 2005). Pengukuran linearitas dapat dinilai dari koefisien korelasi (R^2) yang baik. Koefisien korelasi dikatakan baik apabila nilai yang dihasilkan tidak kurang dari 0,995, jika koefisien korelasi yang dihasilkan lebih dari 0,995 dapat dikatakan kurva kalibrasi yang dihasilkan linear (Riyanto, 2014).

2.7.2 *Limit of detection (LOD)* dan *limit of quantification (LOQ)*

Limit of detection (LOD) atau batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan. Batas deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi unsur dalam mg/L, yang memberikan pembacaan sebanding dengan 3 kali standar deviasi dari sampel blanko. *Limit of quantification (LOQ)* merupakan kuantitas terkecil analit dalam

suatu sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama dengan batas kuantifikasi yang dapat diperkirakan 10 kali standar deviasi (Arifin, dkk., 2006).

Limit of detection (LOD)

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S_x/y}{b} \dots\dots\dots \text{Persamaan 1}$$

Limit of quantification (LOQ)

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S_x/y}{b} \dots\dots\dots \text{Persamaan 2}$$

Keterangan :

S_x/y = Simpangan residual

b = *slope*

2.7.3 Presisi

Presisi atau keseksamaan merupakan kedekatan hasil uji dengan melakukan pengukuran dari berbagai contoh dalam kondisi yang normal. Presisi juga merupakan suatu karakteristik dalam evaluasi metode kuantitatif tergantung dengan banyaknya konsentrasi analit atau teknik pengujian (Charles, 2007). Menurut Riyanto (2014), presisi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian hasil uji individual yang diterapkan secara berulang-ulang pada sampel dari campuran yang homogen. Keterulangan adalah ketepatan yang ditentukan di laboratorium yang sama oleh satu analisis dengan menggunakan peralatan yang dilakukan pada hari yang sama.

2.7.4 Ketidakpastian pengukuran

Ketidakpastian pengukuran merupakan suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang di dalamnya memiliki nilai benar. Ketidakpastian juga menunjukkan bahwa suatu laboratorium telah memperhitungkan faktor-faktor kesalahan dalam penentuan nilai benar. Ketidakpastian memadukan berbagai kesalahan dalam pengujian dalam pengujian yang dijadikan suatu kesatuan dalam

rentang tunggal. Pengukuran rentang ketidakpastian dikenal sebagai pengukuran ketidakpastian (Pramono, 2014).

Kesalahan yang umumnya terjadi pada proses pengujian yaitu kesalahan sistematis yang merupakan kesalahan yang berkaitan dengan alat-alat yang digunakan dalam pengujian dan cara pengujian yang dilakukan dalam pengujian. Sumber-sumber ketidakpastian berasal dari sampling, peralatan, instrumen, preparasi sampel, personil serta adanya kesalahan baik acak maupun sistematis. Ketidakpastian pengukuran ditentukan menggunakan diagram tulang ikan atau *fish bone* (Pramono, 2014).

2.7.5 % Recovery

Kecermatan adalah kedekatan hasil yang diperoleh dengan nilai sebenarnya (*true value*) atau dengan nilai referensinya (Hermita, 2004). Kecermatan menggambarkan kesalahan sistematis dari suatu hasil pengukuran. Kesalahan sistematis berasal dari pengaruh-pengaruh yang dapat diketahui dengan pasti dan bersifat konstan. Sumber kesalahan bisa dari kelembaban, bahan referensi, ketidakpastian yang diberikan oleh sertifikat, metode analisis dan lain-lain. Kesalahan sistematis memberikan penyimpangan positif dan penyimpangan negatif dalam percobaan. Kecermatan dinyatakan sebagai persen kembali analit yang ditambahkan dan nilai kecermatan dapat dinyatakan dengan persen perolehan kembali (% recovery).

BAB III

METODOLOGI

3.1 Alat

Alat – alat yang digunakan untuk pengujian validasi metode kesadahan air formasi adalah gelas beaker Iwaki 100 mL, magnetic stirer, pengaduk kaca, labu ukur 100 mL , labu ukur 1000 mL, corong, spatula, , beaker gelas iwaki 10 mL, pipet ukur Iwaki $1 \pm 0,02$ mL; $2 \pm 0,02$ mL, $5 \pm 0,03$ mL; $10 \pm 0,05$ mL; $5 \pm 0,1$ mL, *hotplate Corning PC-620 D*, gelas ukur Iwaki 250 mL, neraca analitik ($\pm 0,0001$ g), lemari asam, botol semprot, autotitrator titrasonic 500.

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan untuk validasi metode kesadahan total pada sampel air formasi menggunakan metode titrasi kompleksometri adalah sampel air formasi, larutan standar CaCO_3 1000 ppm; 1200 ppm; 1500 ppm; 2500 ppm; 3000 ppm; akuades, indikator *EBT*, indikator *murexide*, larutan dapar salmiak, larutan standar Na_2EDTA 0,01 M, HCL 1 : 1, larutan NaOH 1 N, *methyl orange*.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan larutan Natrium Hidroksida (NaOH) 1 N

Kristal NaOH ditimbang sebanyak 40g, dimasukan kedalam gelas beaker 100 mL, dilarutkan dengan akuades, dimasukkan kedalam labu ukur 1000 mL ditepatkan dengan akuades hingga tanda batas. Bagian leher labu diseka, lalu digojog hingga homogen.

3.3.2 Pembuatan larutan buffer salmiak pH $10 \pm 0,1$

Ammonium klorida (NH_4Cl) ditimbang sebanyak 16,9 gram, dilarutkan dalam ammonium hidroksida (NH_4OH) pekat 143 mL di dalam gelas beaker. Magnesium etilen diamin tetra asetat (Mg-EDTA) ditimbang sebanyak 1,25 gram, dimasukkan ke dalam gelas beaker, diaduk menggunakan pengaduk kaca,

dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL, ditepatkan menggunakan aquadest hingga tanda batas, diseka lalu dihomogenkan.

3.3.3 Pembuatan indikator *murexide*

Ammonium purpurate (*murexide*) ditimbang sebanyak 200 mg, ditambahkan dengan natrium klorida (NaCl) sebanyak 100 gram, digerus campuran tersebut disimpan campuran pada botol tertutup.

3.3.4 Pembuatan indikator *Eriochrome Black T* (EBT)

Eriochrome Black T (EBT) ditimbang sebanyak 200 mg, ditambahkan dengan Natrium Klorida (NaCl) sebanyak 100 gram, gerus campuran tersebut simpan campuran pada botol tertutup.

3.3.5 Pembakuan larutan standar Na₂EDTA 0,01 M

3.3.5.1 Pembuatan larutan standar Na₂EDTA 0,01 M

Larutan Na₂EDTA 0,01 M dibuat dengan melarutkan larutan Titriplex III Solution Na₂EDTA 2H₂O 0,01 M kedalam labu takar 1000 mL, ditepatkan dengan menggunakan akuades hingga tanda batas, dihomogenkan.

3.3.5.2 Pembuatan larutan standar CaCO₃ 0,01 M (1 mg/mL)

Bahan standar CaCO₃ ditimbang sebanyak 1,0 g, dimasukan kedalam gelas beaker 100 mL, dilarutkan dengan HCL 1:1, ditambahkan akuades diaduk dengan dengan pengaduk kaca. Sampel dididihkan dan diaduk dengan *magnetic stirrer*, didinginkan. Setelah dingin ditetaskan menggunakan indikator *methyl orange*. Larutan dipindahkan kedalam, labu ukur 1000 mL, kemudian ditepatkan sampai tanda tera.

3.3.5.3 Standarisasi larutan standar Na₂EDTA 0,01 M

Larutan standar CaCO₃ dipipet sebanyak 10 mL, dimasukan kedalam gelas beaker 100 mL, ditambahkan dengan larutan dapar salmiak 3 tetes, lalu ditambahkan dengan indikator EBT hingga berubah warna, magnetic stirrer

dimasukkan kedalam gelas beaker, dititrasi menggunakan larutan standar Na_2EDTA 0,01 M.

3.3.6 Penetapan kesadahan total

3.3.6.1 Preparasi sampel

Sampel air formasi disaring menggunakan kertas saring, setelah disaring dimasukkan sampel kedalam botol sampel. Sampel disimpan dilemari pendingin.

3.3.6.2 Penentuan kesadahan total

Sampel dipipet sebanyak 2 mL, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beaker 100 mL, ditambahkan dengan larutan dapar salmiak 3 tetes dan indikator pereaksi EBT. Sampel yang sudah ditambahkan pereaksi kemudian dititrasi dengan larutan standar Na_2EDTA 0,01 M kemudian diamati perubahan warna dari merah muda menjadi biru.

3.3.6.3 Penentuan kadar kalsium

Sampel dipipet sebanyak 2 mL, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beaker 100 mL, ditambahkan dengan larutan NaOH 0,1 M 10 tetes dan indikator pereaksi *murexide*. Sampel yang sudah ditambahkan pereaksi kemudian dititrasi dengan larutan standar Na_2EDTA 0,01 M kemudian diamati perubahan warna dari merah jingga menjadi ungu.

3.3.7 Pembuatan deret standar

3.3.7.1 Pembuatan larutan standar 1000 ppm

Bahan standar CaCO_3 ditimbang sebanyak 0,1 g, dimasukan kedalam gelas beaker 100 mL, dilarutkan dengan *HCL* 1:1, ditambahkan akuades diaduk dengan pengaduk kaca. Sampel dididihkan dan diaduk dengan magnetic stirer. Setelah mendidih didinginkan larutan, ditambahkan 3 tetes indikator *methyl orange*, ditepatkan pada labu ukur 100 mL dengan akudest, diseka bagian leher labu lalu digojog hingga homogen.

3.3.7.2 Pembuatan larutan standar 1200 ppm

Bahan standar CaCO_3 ditimbang sebanyak 0,12 g, dimasukan kedalam gelas beaker 100 mL, dilarutkan dengan *HCL* 1:1, ditambahkan akuades diaduk dengan

pengaduk kaca. Sampel dididihkan dan diaduk dengan magnetic stirer. Setelah mendidih didinginkan larutan, ditambahkan 3 tetes indikator *methyl orange*, ditepatkan pada labu ukur 100 mL dengan akudest, diseka bagian leher labu lalu digojog hingga homogen.

3.3.7.3 Pembuatan larutan standar 1500 ppm

Bahan standar CaCO_3 ditimbang sebanyak 0,15 g, dimasukkan kedalam gelas beaker 100 mL, dilarutkan dengan *HCL* 1:1, ditambahkan akuades diaduk dengan pengaduk kaca. Sampel dididihkan dan diaduk dengan magnetic stirer. Setelah mendidih didinginkan larutan, ditambahkan 3 tetes indikator *methyl orange*, ditepatkan pada labu ukur 100 mL dengan akudest, diseka bagian leher labu lalu digojog hingga homogen.

3.3.7.4 Pembuatan larutan standar 2500 ppm

Bahan standar CaCO_3 ditimbang sebanyak 0,25 g, dimasukkan kedalam gelas beaker 100 mL, dilarutkan dengan *HCL* 1:1, ditambahkan akuades diaduk dengan pengaduk kaca. Sampel dididihkan dan diaduk dengan magnetic stirer. Setelah mendidih didinginkan larutan, ditambahkan 3 tetes indikator *methyl orange*, ditepatkan pada labu ukur 100 mL dengan akudest, diseka bagian leher labu lalu digojog hingga homogen.

3.3.7.5 Pembuatan larutan standar 3000 ppm

Bahan standar CaCO_3 ditimbang sebanyak 0,3 g, dimasukkan kedalam gelas beaker 100 mL, dilarutkan dengan *HCL* 1:1, ditambahkan akuades diaduk dengan pengaduk kaca. Sampel dididihkan dan diaduk dengan magnetic stirer. Setelah mendidih didinginkan larutan, ditambahkan 3 tetes indikator *methyl orange*, ditepatkan pada labu ukur 100 mL dengan akudest, diseka bagian leher labu lalu digojog hingga homogen.

3.3.8 Pengukuran sampel

3.3.8.1 Penentuan % recovery kesadahan total

Sampel dipipet sebanyak 1,5 mL dan 1 mL larutan standar 1200 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beaker 100 mL, ditambahkan dengan larutan dapar salmiak 3 tetes dan indikator pereaksi EBT. Sampel yang sudah ditambahkan

pereaksi kemudian dititrasi dengan larutan standar Na₂EDTA 0,01 M kemudian diamati perubahan warna dari merah muda menjadi biru.

3.3.8.1 Penentuan % recovery kesadahan Ca

Sampel dipipet sebanyak 1,5 mL dan 1 mL larutan standar 1200 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beaker 100 mL, ditambahkan dengan larutan NaOH 0,1 N 10 tetes dan indikator pereaksi Murexide. Sampel yang sudah ditambahkan pereaksi kemudian dititrasi dengan larutan standar Na₂EDTA 0,01 M kemudian diamati perubahan warna dari merah muda menjadi ungu.

3.3.8.2 Penentuan linieritas kesadahan total

Larutan deret standar dengan konsentrasi 1000; 1200; 1500; 2500; 3000; ppm dipipet sebanyak 1,5 mL sampel dan 1 mL larutan standar, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beaker 100 mL, ditambahkan dengan larutan dapar salmiak 3 tetes dan indikator pereaksi EBT. Sampel yang sudah ditambahkan pereaksi kemudian dititrasi dengan larutan standar Na₂EDTA 0,01 M kemudian diamati perubahan warna dari merah muda menjadi biru. Linieritas ditentukan menggunakan kurva kalibrasi, kemudian diperoleh nilai regresi linier yaitu $y = ax + b$, nilai koefisien determinasi (R^2) dan koefisien korelasi (r).

3.3.8.3 Penentuan linieritas Ca

Larutan deret standar dengan konsentrasi 1000; 1200; 1500; 2500; 3000; ppm dipipet sebanyak 1,5 mL sampel dan 1 mL larutan standar, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beaker 100 mL, ditambahkan dengan larutan NaOH 0,1 M 10 tetes dan indikator pereaksi Murexide. Sampel yang sudah ditambahkan pereaksi kemudian dititrasi dengan larutan standar Na₂EDTA 0,01 M kemudian diamati perubahan warna dari merah muda menjadi ungu. Linieritas ditentukan menggunakan kurva kalibrasi, kemudian diperoleh nilai regresi linier yaitu $y = ax + b$, nilai koefisien determinasi (R^2) dan koefisien korelasi (r).

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel Air Formasi

Validasi metode kesadahan total pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode titrimetri. Autotitrator adalah alat yang mampu melakukan hampir semua analisis titrasi volumetri seperti asidi alkali, argentometri, kompleksimetri, dan reaksi redoks secara otomatis menggunakan pengontrol berupa mikroprosesor. Prinsip dari autotitrator menggunakan prinsip potensiometri, pengukuran berdasarkan potensial sel elektrokimia secara otomatis oleh sebuah alat mulai dari penetasan titran, pengaduk dan penentuan titik akhir titrasi termasuk juga perhitungan akhir kadar unsur dalam sampel. Sampel yang akan diuji harus dipreparasi terlebih dahulu sehingga sampel yang dihasilkan jernih dan mudah untuk dianalisis. Parameter yang akan dilakukan pada penelitian ini adalah penentuan uji akurasi (%recovery), presisi (*repeatability*), linearitas, *Limit of Detection*(LOD), dan *Limit of Quantification* (LOQ). Teknik preparasi yang digunakan adalah metode filtrasi. Metode destruksi yang digunakan adalah metode destruksi basah. Destruksi basah adalah perombakan sampel organik dengan asam kuat baik tunggal maupun cairan. Asam yang digunakan dalam metode destruksi basah adalah jenis asam kuat seperti asam nitrat (HNO_3) (Mulyani, 2007). Preparasi sampel air formasi ini tidak menggunakan penambahan larutan HNO_3 , dikarenakan keadaan sampel yang tidak keruh menandakan bahwa sampel telah larut dengan sempurna, serta pH sampel air formasi sebesar 6,8 tidak melebihi pH 10.

4.2 Penentuan Kesadahan Total dan Kalsium

Air sadah adalah air mengandung garam-garam kalsium dan magnesium, air sadah tidak baik untuk mencuci karena ion-ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} akan berikatan dengan sisa asam karbohidrat pada sabun dan membentuk endapan sehingga sabun tidak berbuih. Senyawa-senyawa kalsium dan magnesium ini relatif sukar larut dalam air karena memiliki nilai kelarutan yang rendah, sehingga senyawa-senyawa

ini cenderung untuk memisah dari larutan dalam bentuk endapan atau *precipitation* yang kemudian melekat pada logam (wadah) dan menjadi keras (Daud, 2007).

Air sadah dapat menyebabkan terbentuknya kerak pada dasar ketel yang selalu digunakan untuk memanaskan air. Sehingga untuk memanaskan air tersebut diperlukan pemanasan yang lebih lama. Hal ini merupakan pemborosan energi. Timbulnya kerak pada pipa uap dapat menyebabkan penyumbatan sehingga dikhawatirkan pipa tersebut akan meledak, dan jika terjadi peledakan akan dapat menyebabkan polusi udara yang bisa menurunkan kualitas lingkungan dan lingkungan tidak bisa berfungsi sebagai mana mestinya. Untuk itu perlu dilakukan pengujian kesadahan. Manfaat penentuan atau pengujian kesadahan adalah untuk mengetahui tingkat kesadahan air, dan untuk dapat menentukan kesadahan digunakan metode Titrasi EDTA (*Ethylene Diamene Tetra Asetat*) (Daud, 2007).

Kesadahan air adalah kandungan mineral-mineral tertentu di dalam air, umumnya ion kalsium (Ca) dan magnesium (Mg) dalam bentuk garam karbonat. Air sadah atau air keras adalah air yang memiliki kadar mineral yang tinggi, sedangkan air lunak adalah air dengan kadar mineral yang rendah. Selain ion kalsium dan magnesium, penyebab kesadahan juga bisa merupakan ion logam lain maupun garam-garam bikarbonat dan sulfat (Ihsan, 2011).

Kesadahan total adalah jumlah Ca^{2+} dan Mg^{2+} dalam sampel air. Pada penetapan ini Ca^{2+} dan Mg^{2+} ditetapkan sebagai Ca.EDTA dan Mg.EDTA. Fungsi EDTA adalah mengikat ion-ion ini sehingga terbentuk senyawa kompleks. Sebelum berikatan dengan EDTA, ion-ion ini berikatan dengan kompleks indikator sehingga terbentuk logam indikator yang memunculkan warna merah anggur. Warna merah anggur tersebut akan berubah menjadi biru ketika seluruh ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} terikat dengan EDTA sehingga tersisa kompleks indikator yang berwarna biru. Ini menandakan telah tercapainya titik akhir titrasi. Adapun fungsi Buffer pH 10 adalah menjaga pH agar tidak turun, karena sewaktu peniteran EDTA melepas ion H^+ yang dapat menurunkan pH (Underwood, 1989). Perubahan Ph berakibat pada pembentukan kompleks ion logam didalam sampe, karena indikator *EBT* hanya dapat mengikat ion logam Ca dan Mg dalam sampel secara sempurna pada pH 10.

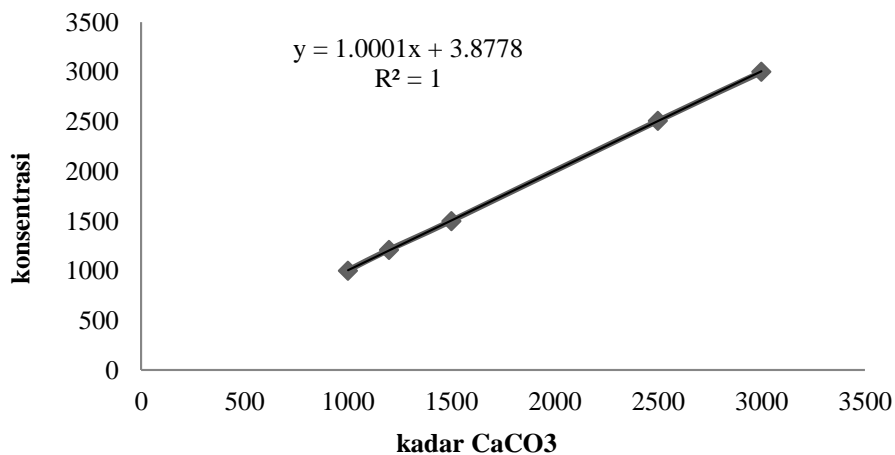
Seperti halnya EBT, indikator mureksid bereaksi dengan ion-ion logam membentuk kompleks logam indikator dan berubah warna ketika semua ion logam pada kompleks indikator terikat pada EDTA, namun hanya bereaksi dengan ion Ca^{2+} sehingga kesadahan Ca^{2+} dapat ditetapkan serta kesadahan Mg^{2+} didapat dari selisih kesadahan total dan kesadahan Ca^{2+} . Untuk menetapkan kesadahan Ca^{2+} , digunakan larutan NaOH 1 N hingga pH larutan sampel mencapai 12 -13. Pada pH 12-13 larutan dalam kondisi yang stabil untuk membentuk kompleks karena indikator *murexide* hanya dapat berfungsi sebagai indikator pada pH 12-13. Jika pada saat penambahan NaOH 1 N larutan menjadi keruh, berarti terdapat logam yang mengendap sehingga perlu ditambahkan KCN sebagai *masking agent* untuk menutupi ion logam selain Ca dan Mg yang menjadi pengganggu agar tidak bereaksi dengan EDTA.

4.2.1 Pembuatan kurva larutan standar CaCO_3

Kurva menyatakan hubungan antara kadar pada sampel matrix standar dengan konsentrasi dari standar yang telah diketahui konsentrasinya sehingga kurva kalibrasi yang diperoleh dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel berdasarkan kadar yang diperoleh. Kurva dibuat dengan menggunakan variasi konsentrasi dari larutan standar 1000; 1200; 1500; 2500; 3000 ppm.

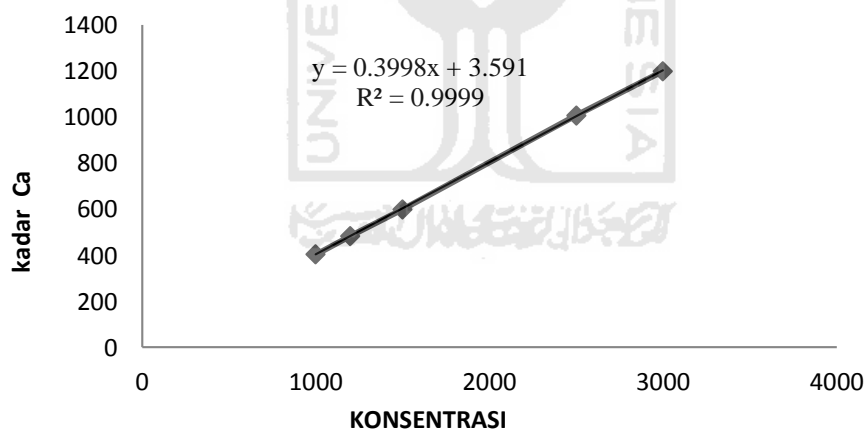
4.2.2 Penentuan linieritas

Linieritas ditentukan dengan membuat kurva dari larutan standar CaCO_3 dengan konsentrasi larutan standar 1000; 1200; 1500; 2500; 3000 ppm. Kadar yang diperoleh kemudian dihubungkan dengan konsentrasi dari larutan standar, sehingga diperoleh persamaan regresi linier.



Gambar 4.1 Grafik larutan standar CaCO₃ pada air formasi penentuan kesadahan total

Berdasarkan Gambar 4.1 bahwa persamaan regresi linier yang diperoleh yaitu $y = 1,000x + 3,877$ dengan nilai koefisien determeinasi (R^2) sebesar 1 dan nilai koefisien korelasi (r) sebesar 1.



Gambar 4.2 Grafik larutan standar CaCO₃ pada air formasi penentuan kesadahan Ca

Berdasarkan Gambar 4 bahwa persamaan regresi linier yang diperoleh yaitu $y = 0,399x + 3,591$ dengan nilai koefisien determeinasi (R^2) sebesar 0,999 dan nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0,999.

Nilai slope pada persamaan linier sebagai kemiringan garis atau dapat juga menggambarkan sensitifitas pada metode analisis dan intersep menunjukkan sinyal

yang diberikan blanko. Menurut AOAC 2013, koefisien korelasi (r) mempunyai persyaratan yaitu $>0,990$ mendekati satu sehingga dapat dikatakan hubungan antara konsentrasi larutan standar kadmium dengan absorbansi yang dihasilkan memiliki hubungan linier, sehingga koefisien korelasi (r) yang dihasilkan dapat diterima.

4.2.3 Penentuan LOD dan LOQ

Penentuan LOD dan LOQ dilakukan dengan membuat larutan standar dengan berbagai varian konsentrasi. Perhitungan yang digunakan untuk menentukan nilai LOD dan LOQ adalah perhitungan secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi.

Tabel 4.1 Nilai LOD dan LOQ penentuan kesadahan total

Keterangan	Konsentrasi (mg/L)
Sampel air formasi	3232,5
LOD	18,9796
LOQ	63,2654

Tabel 4.2 Nilai LOD dan LOQ penentuan kesadahan Ca

Keterangan	Konsentrasi Ca (mg/L)
Sampel air formasi	959,75
LOD	32,7823
LOQ	109,2743

Berdasarkan Tabel 4.1. dan 4.2 bahwa nilai LOD yang diperoleh berada di dibawah konsentrasi sampel. Nilai LOD menunjukkan konsentrasi analit yang dapat terbaca secara kualitatif pada metode yang digunakan. Artinya, apabila konsentrasi yang dihasilkan berada di bawah nilai LOD maka metode yang digunakan dapat dikatakan tidak cocok untuk digunakan, sedangkan nilai LOQ menunjukkan kuantitas terkecil dari konsentrasi yang dihasilkan untuk memperoleh nilai presisi dan akurasi yang baik dan disarankan untuk melakukan pengujian di kisaran batas kuantitasi.

Kesadaan total adalah jumlah Ca^{2+} dan Mg^{2+} dalam sampel air. Pada penetapan ini Ca^{2+} dan Mg^{2+} ditetapkan sebagai Ca.EDTA dan Mg.EDTA. EDTA berfungsi mengikat ion-ion ini sehingga terbentuk senyawa kompleks. Hasil nilai

LOD dan LOQ pada penentuan kesadahan total dinyatakan diterima, karena telah memenuhi syarat LOD bernilai 3 kali sy/x dan LOQ bernilai 10 kali sy/x .

4.2.4 Penentuan Presisi kesadahan total dan kalsium pada air formasi

Presisi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian hasil uji individual yang diterapkan secara berulang-ulang pada sampel dari campuran yang homogen. Keterulangan adalah ketepatan yang ditentukan di laboratorium yang sama oleh satu analisis dengan menggunakan peralatan yang dilakukan pada hari yang sama (Riyanto,2014). Berikut hasil penentuan kadar dan presisi kesadahan total dan kalsium pada air formasi

Tabel 4.3 penentuan kadar kesadahan total pada air formasi

Pengulangan	V Na ₂ EDTA (mL)	M Na ₂ EDTA (N)	BM CaCO ₃	V Sampel (mL)	Kadar (mg/L)
1	6,46	0,01	100	2	3230
2	6,46	0,01	100	2	3230
3	6,48	0,01	100	2	3240
4	6,46	0,01	100	2	3230
5	6,48	0,01	100	2	3240
6	6,45	0,01	100	2	3225
7	6,47	0,01	100	2	3235
8	6,46	0,01	100	2	3230

Tabel 4.4 penentuan presisi kesadahan kalsium pada air formasi

Kadar kesadahan total (mg/L)	$x - \bar{x}$	$x - \bar{x}^2$
3230	-2,5	6,25
3240	7,5	56,25
3230	-2,5	6,25
3240	7,5	56,25
3225	-7,5	56,25
3235	2,5	6,25
3230	-2,5	6,25
3232,5	jumlah	200
	SD	5,3452
	RSD	0,16
	cv horwitz	4,7411
	2/3 cv hortwitz	3,1607

Tabel 4.5 penentuan kadar kesadahan kalsium pada air formasi

Pengulangan n	V Na ₂ EDT A (mL)	M Na ₂ EDT A (N)	BM Ca	V Sampel	Kadar Ca (mg/L)
1	4,81	0,01	40	2	962
2	4,8	0,01	40	2	960
3	4,81	0,01	40	2	962
4	4,79	0,01	40	2	958
5	4,78	0,01	40	2	956
6	4,8	0,01	40	2	960
7	4,81	0,01	40	2	962
8	4,79	0,01	40	2	958

Tabel 4.6 penentuan presisi kesadahan kalsium pada air formasi

Kadar Ca (mg/L)	x - xbar	x - xbar ²
962	2,25	5,0625
958	-1,75	3,0625
956	-3,75	14,0625
960	0,25	0,0625
962	2,25	5,0625
958	-1,75	3,0625
959,75	jumlah	35,5
	SD	2,2519
	RSD	0,23
	cv horwitz	5,6919
	2/3 cv hortwitz	3,7946

Berdasarkan tabel 4.3 dan 4.5 penentuan kadar kesadahan total dan kalsium pada air formasi dilakukan pengulangan sebanyak 8 kali, dengan penambahan volume sampel sebanyak 2 mL. Pengurangan jumlah volume sampel air formasi bertujuan agar mengefesienkan penggunaan titran. Pada tabel 4.4 dan 4.6 hasil yang diperoleh dari penentuan presisi kesadahan total dan kalsium pada sampel air formasi menyatakan bahwa %RSD < 2/3 cv hortwitz. Pada presisi penentuan kesadahan total diperoleh hasil presisi yaitu 0,16% < 3,1607, dan penentuan presisi kesadahan kalsium pada sampel air formasi menyatakan bahwa %RSD < 2/3 cv

hortwitz yaitu $0,23\% < 3,7946$ dengan ini maka presisi pada kesadahan total dan kalsium pada air formasi dinyatakan diterima.

4.2.5 Penentuan % *Recovery* kesadahan total dan kalsium pada air formasi

Kecermatan adalah kedekatan hasil uji antara hasil yang diperoleh dengan nilai sebenarnya (*true value*) atau dengan nilai referensinya. Kecermatan menggambarkan kesalahan sistematis dari suatu hasil pengukuran. Kesalahan sistematis berasal dari pengaruh-pengaruh yang dapat diketahui dengan pasti dan bersifat konstan. Sumber kesalahan bisa dari kelembaban, bahan referensi, ketidakpastian yang diberikan oleh sertifikat, metode analisis dan lain-lain. Kesalahan sistematis memberikan penyimpangan positif dan penyimpangan negatif dalam percobaan. Kecermatan dinyatakan sebagai persen kembali analit yang ditambahkan dan nilai kecermatan dapat dinyatakan dengan persen perolehan kembali (*% recovery*). Berikut merupakan hasil penentuan % *Recovery* penentuan kesadahan total dan kalsium pada air formasi ;

Tabel 4.7 Penentuan % *Recovery* kesadahan total air formasi

Kadar CaCO ₃ sampel dan spike (a)	Kadar sampel (b)	kadar standar CaCO ₃ (c)
4220	3200	1000
	% recovery	102

Tabel 4.8 Penentuan % *Recovery* kesadahan kalsium air formasi

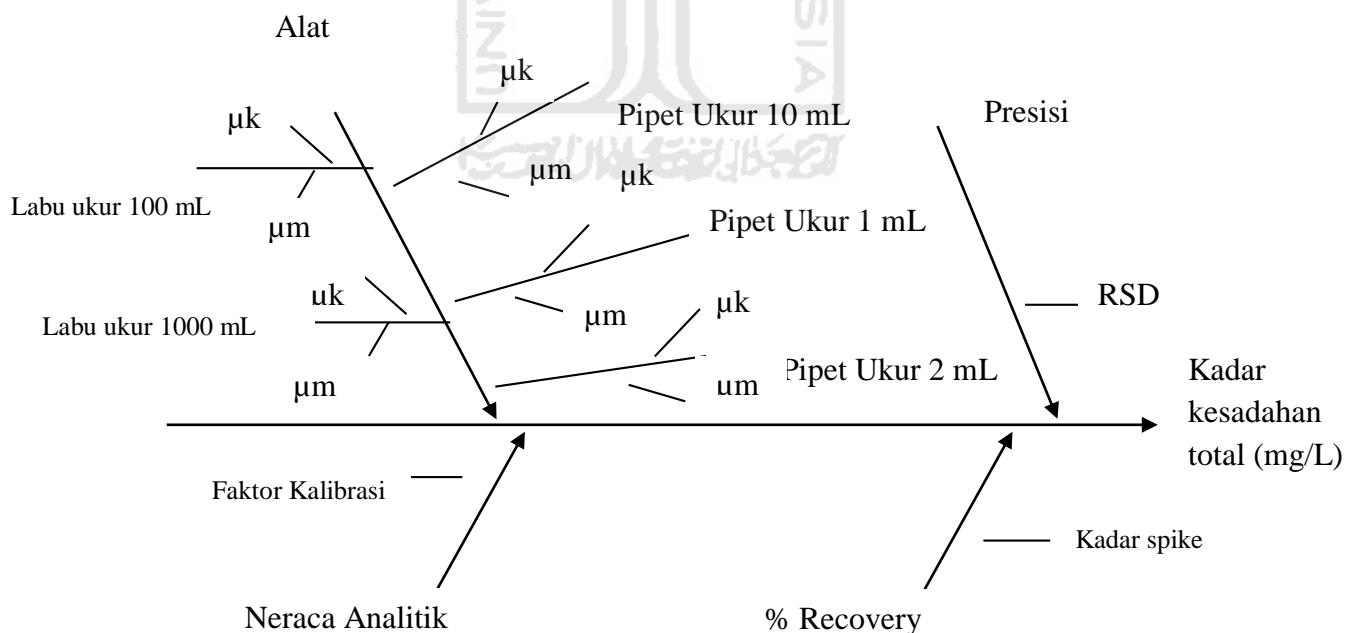
Kadar Ca sampel dan spike (a)	Kadar Ca sampel (b)	kadar Ca standar (c)
1353	970,6666667	400
	% recovery	95,58

Berdasarkan table 4.7 dan 4.8 pada penentuan % *Recocery* kesadahan total dan kalsium dalam sampel air formasi terjadi adanya perubahan konsentrasi larutan standar CaCO₃ menjadi 1200 ppm karena penggunaan larutan standar 0,01 M (1 mg/mL) / 1000 ppm tidak dapat memenuhi hasil yang baik pada sampel air formasi. Hasil yang diperoleh dari penentuan presisi kesadahan total dan kalsium pada

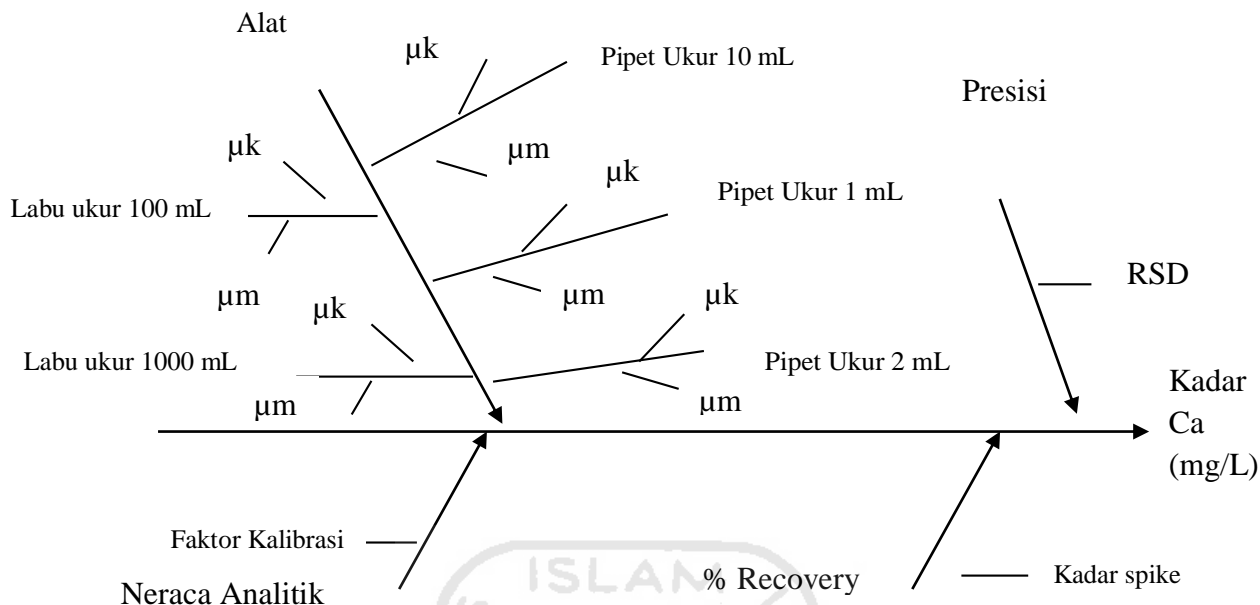
sampel air formasi menyatakan bahwa % *Recocery* 85-115%. Pada penentuan % *Recocery* kesadahan total diperoleh sebesar 102% dan pada penentuan % *Recocery* kesadahan kalsium dalam sampel air formasi menyatakan hasil sebesar 95, 58% dengan ini maka % *Recocery* pada kesadahan total dan kalsium pada air formasi dinyatakan diterima.

4.2.6 Penentuan estimasi ketidakpastian

Ketidakpastian pengukuran merupakan suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang di dalamnya memiliki nilai benar. Ketidakpastian menunjukkan bahwa suatu laboratorium telah memperhitungkan faktot-faktor kesalahan dalam penentuan nilai benar. Ketidakpastian memadukan berbagai kesalahan dalam pengujian dalam pengujian yang dijadikan suatu kesatuan dalam rentang tunggal. Pengukuran rentang ketidakpastian dikenal sebagai pengukuran ketidakpastian. Berikut diagram tulang ikan penentuan estimasi ketidakpastian kesadahan total dan kalsium ;



Gambar 4.3 Diagram tulang ikan penentuan estimasi ketidakpastian kesadahan total



Gambar 4.4 Diagram tulang ikan penentuan estimasi ketidakpastian kesadahan kalsium

Tabel 4.9 Penentuan estimasi ketidakpastian alat kesadahan total dan kalsium

Alat	X	μ_k	μ_m	ketidakpastian baku	$(\mu x/x)^2$	kontribusi (%)
pipet	2	0,0115	0,0021	0,0117	3,4E-05	19,05
	1	0,0115	0,001	0,0115	0,0001	74,24
	10	0,0288	0,0109	0,0308	9,52E-06	5,25
Labu	100	0,0461	0,1091	0,1184	1,4E-06	0,77
	1000	0,1732	1,0911	1,1048	1,22E-06	0,67
$\Sigma(\mu x/x)^2$					0,0001	100

Tabel 4.10 Penentuan estimasi ketidakpastian kesadahan total

Kesadahan total	$(\mu x/x)^2$	Kontribusi %
$(\mu \text{ alat})^2$	0,0001	0,005
$(\mu \text{ presisi})^2$	3,5683	99,98
$(\mu \% \text{ recovery})^2$	0,0004	0,01
$(\mu \text{ neraca})^2$	1,3E-09	3,6-08
$\Sigma(\mu x/x)^2$	3,5689	100
$\mu \text{ gabungan}$	1,8891	
$\mu \text{ diperluas}$	3,7782	

Tabel 4.11 Penentuan estimasi ketidakpastian kesadahan kalsium

Kesadahan Ca	($\mu x/x$)²	Kontribusi %
(μ alat) ²	0,0001	0,021
(μ presisi) ²	0,6241	99,83
(μ % recovery) ²	0,0008	0,13
(μ neraca) ²	1,3E-09	2,07E-07
$\Sigma(\mu x/x)^2$	0,6251	100
μ gabungan	0,7906	
μ diperluas	1,5812	

Berdasarkan tabel 4.10 dan 4.11 Hasil estimasi ketidakpastian pengukuran menentukan parameter yang mempengaruhi pada sampel air formasi. Langkah awal adalah membuat diagram tulang ikan menggunakan sumber-sumber ketidakpastian dan langkah terakhir adalah menentukan nilai ketidakpastian pengukuran. Nilai ketidakpastian gabungan diperoleh dari nilai konsentrasi sebenarnya yang dikalikan dengan Cs atau akar dari jumlah $(\mu(x)/x)^2$. Nilai ketidakpastian diperluas diperoleh dari nilai ketidakpastian gabungan yang dikalikan faktor cakupan dari selang kepercayaan 95%, sehingga diperoleh hasil ketidakpastian diperluas pada penentuan kesadahan total sebesar 3,7782, sedangkan hasil ketidakpastian diperluas pada penentuan kesadahan kalsium sebesar 1,5812. Semakin kecil nilai ketidakpastian menunjukkan semakin kecil tingkat kesalahan yang terjadi pada proses analisis. Kontribusi penyumbang ketidakpastian terbesar pada penentuan kesadahan total dan kalsium dalam sampel air formasi diperoleh dari ketidakpastian presisi yaitu sebesar 99,98% dan 99,83%.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil validasi metode kesadahan total pada air formasi secara titrimetri di laboratorium PT. Pertamina EP Asset 3 Jatibarang Field yang telah dilakukan dapat disimpulkan

1. Metode ini dapat digunakan dilaboratorium karena berdasarkan parameter validasi metode yang diujikan seluruh parameter menghasilkan nilai yang diterima.
2. Hasil yang diperoleh pada penentuan kesadahan total dari beberapa parameter yang di gunakan sebagai berikut, presisi dinyatakan sebesar 0,001, % recovery sebesar 102% , linieritas sebesar 1 , LOD sebesar 18,97 mg/L, LOQ sebesar 63,26 mg/L. Hasil yang diperoleh pada penentuan kesadahan Ca dari beberapa parameter yang di gunakan sebagai berikut, presisi dinyatakan sebesar 0,002 , %recovery sebesar 95,58% , linieritas 0,999, LOD sebesar 32,78 mg/L, LOQ sebesar 109,27 mg/L dan nilai ketidakpastian pengukuran diperoleh hasil ketidakpastian diperluas pada penentuan kesadahan total sebesar 3,7782, sedangkan hasil ketidakpastian diperluas pada penentuan kesadahan kalsium sebesar 1,5812. Kontribusi penyumbang ketidakpastian terbesar pada penentuan kesadahan total dan kalsium dalam sampel air formasi diperoleh dari ketidakpastian presisi yaitu sebesar 99,98% dan 99,83%.

5.2 Saran

Saran yang direkomendasikan adalah dilakukannya validasi ulang terhadap metode yang digunakan, melakukan validasi metode dan verifikasi metode secara berkala, melakukan kalibrasi terhadap alat agar hasil yang diperoleh dapat akurat dan presisi serta dapat dipertanggung jawabkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Arifin, Z., Darmono, Agus., S dan Rina P. 2006. *Validasi Analisis Logam Tembaga (Cu) dan Timbal (Pb) dalam Jagung dengan Cara Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)*. Seminar Nasional Teknologi Peternakan dan Veteriner. Jakarta : Universitas Pancasila.
- Achmad, R. 2004. *Kimia Lingkungan*. Yogyakarta: Andi.
- Ali, Syed A., Dickerson. Ricard C. 1998. *Horizontal Completion Manual*. Indonesia :Chevron Petroleum Technology Company.
- Basset, J. dkk. 1994. *Buku Ajar Vogel: Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Terjemahan A. Hadyana Pudjaatmaka dan L. Setiono. Penerbit Buku Kedokteran EGC. Jakarta
- Day, R. A. dan Underwood, A. L, 2006, *ANALISIS KIMIA KUANTITATIF EDISI KEENAM*, Jakarta: Erlangga
- Greenberg, A.E., Clesceri, L.S., Eaton, A.D. 1992. *Standar Methods : for the Examination of Water and Wastewater 18th edition*. Washington, DC : American Public Health Association.
- Halimatuddahlia. 2003. *Pencegahan Korosi dan Scale pada Proses Produksi Minyak Bumi*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Khopkar, S.M. 2008. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Lemigas. 2010. *Studi Penyebab Scale di Lapangan-lapangan Minyak Sumatra*. Jakarta: Lemigas.
- Lestari, S. Wahyuni. 2007. *Problema Scale di Lapangan Migas*. Jakarta: Universitas Trisakti.
- Patton, Charles C. 1995. *Applied Water Technology*. Texas. Campbell Petroleum Series.
- Pramono, Ujang. 2014. *Estimasi Ketidakpastian Pengukuran*. BMD Street Consulting : Tangerang.
- Riyanto, 2014. *Validasi & Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC/17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: Deepublish.
- Rukmana, Dadang., Kristanto Dedy. 2012. *Teknik Reservoir Teori dan Aplikasi*. Yogyakarta: Pohon Cahaya.
- Tahir, I. 2005. *Validasi Metode Analisa*. Yogyakarta: UGM.
- Underwood, A.L dan R.A. Day. Jr. 1986. *Analisis Kimia Kuantitatif Keenam*. Editor A. Hadyanan Pudjaatmaka. Jakarta: Erlangga

LAMPIRAN



LAMPIRAN

1. Standarisasi Na₂EDTA

Pengulangan	V Na ₂ EDTA (mL)	M CaCO ₃	V Sampel (mL)	M Na ₂ EDTA (N)
1	10,29	0,01	10	0,0097
2	10,28	0,01	10	0,0097
3	10,27	0,01	10	0,0097
				0,0097

$$M_{EDTA} = \frac{M_{CaCO_3} \times V_{CaCO_3}}{V_{titrasi}}$$

- Pengulangan 1

$$M_{EDTA} = \frac{0,01 \text{ N} \times 10 \text{ mL}}{10,29 \text{ mL}} \\ = 0,0097 \text{ N}$$

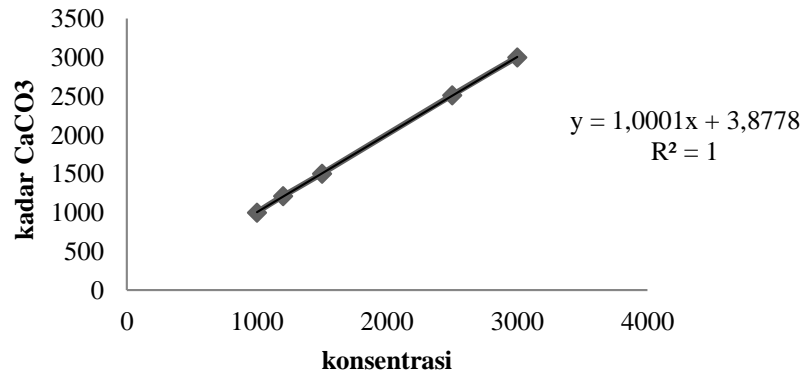
- Pengulangan 2

$$M_{EDTA} = \frac{0,01 \text{ N} \times 10 \text{ mL}}{10,28 \text{ mL}} \\ = 0,0097 \text{ N}$$

- Pengulangan 1

$$M_{EDTA} = \frac{0,01 \text{ N} \times 10 \text{ mL}}{10,27 \text{ mL}} \\ = 0,0097 \text{ N}$$

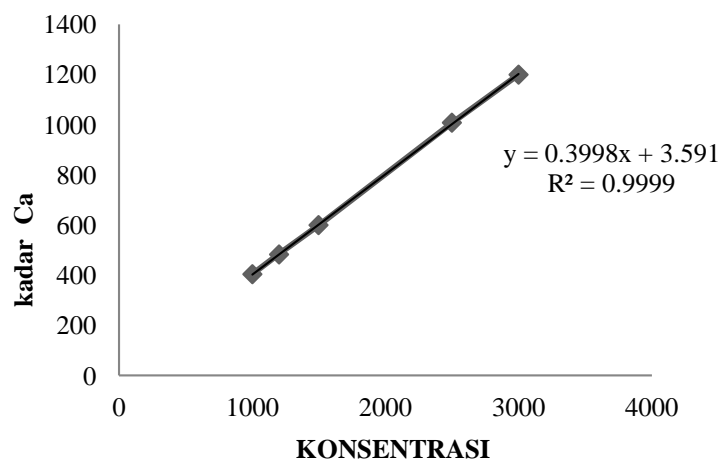
2. Kurva standar kesadahan total



konsentrasi larutan standar (ppm)	kadar kesadahan total (mg/L)
1000	1000
1200	1210
1500	1500
2500	2510
3000	3000

SLOPE	1
INTERSEK	3,877
R ²	1

3. Kurva standar kesadahan Ca



Konsentrasi larutan standar (ppm)	kadar kalsium (mg/L)
1000	404
1200	484
1500	600
2500	1008
3000	1200
SLOPE	0,399
INTERSEK	3,591
R ²	0,999

4. Penentuan kesadahan total

Pengulangan	V Na ₂ EDTA (mL)	M Na ₂ EDTA (N)	BM CaCO ₃	V Sampel (mL)	Kadar (mg/L)
1	6,46	0,01	100	2	3230
2	6,46	0,01	100	2	3230
3	6,48	0,01	100	2	3240
4	6,46	0,01	100	2	3230
5	6,48	0,01	100	2	3240
6	6,45	0,01	100	2	3225
7	6,47	0,01	100	2	3235
8	6,46	0,01	100	2	3230

$$\text{Kadar mg/L} = \frac{1000}{v. \text{ sampel (mL)}} \times v. \text{ Na}_2\text{EDTA (mL)} \times M \text{ Na}_2\text{EDTA (N)} \times \text{BM CaCO}_3$$

- Pengulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 6,46 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 100 \\ &= 3230 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 6,46 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 100 \\ &= 3230 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 6,48 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 100 \\ &= 3240 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 4

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 6,46 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 100 \\ &= 3230 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 5

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 6,48 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 100 \\ &= 3240 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 6

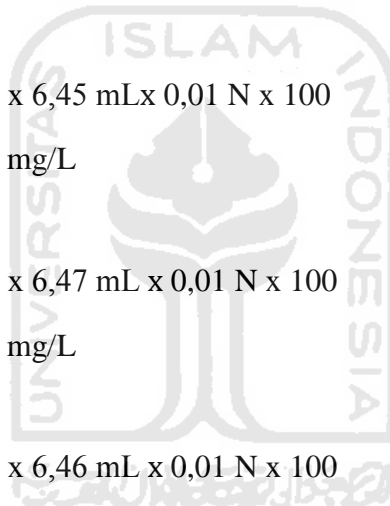
$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 6,45 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 100 \\ &= 3225 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 7

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 6,47 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 100 \\ &= 3235 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 8

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 6,46 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 100 \\ &= 3230 \text{ mg/L} \end{aligned}$$



5. Penentuan kesadahan Ca

Pengulangan	V Na ₂ EDTA (mL)	M Na ₂ EDTA (N)	BM Ca	V Sampel	Kadar Ca (mg/L)
1	4,81	0,01	40	2	962
2	4,8	0,01	40	2	960
3	4,81	0,01	40	2	962
4	4,79	0,01	40	2	958
5	4,78	0,01	40	2	956
6	4,8	0,01	40	2	960
7	4,81	0,01	40	2	962
8	4,79	0,01	40	2	958

$$\text{Kadar mg/L} = \frac{1000}{v. \text{ sampel (mL)}} \times v. \text{Na}_2\text{EDTA (mL)} \times M \text{Na}_2\text{EDTA (N)} \times \text{BM Ca}$$

- Pengulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 4,81 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 40 \\ &= 962 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 4,8 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 40 \\ &= 960 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 4,81 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 40 \\ &= 962 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 4

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 4,79 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 40 \\ &= 958 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 5

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 4,78 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 40 \\ &= 956 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 6

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 4,8 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 40 \\ &= 960 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 7

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 4,81 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 40 \\ &= 962 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Pengulangan 8

$$\begin{aligned} \text{Kadar mg/L} &= \frac{1000}{2 \text{ mL}} \times 4,79 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} \times 40 \\ &= 958 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

6. Penentuan presisi kesadahan total

Kadar kesadahan total (mg/L)	x - xbar	x - xbar ₂
3230	-2,5	6,25
3240	7,5	56,25
3230	-2,5	6,25
3240	7,5	56,25
3225	-7,5	56,25
3235	2,5	6,25
3230	-2,5	6,25
3232,5	jumlah	200
	SD	5,3452
	RSD	0,16
	cv horwitz	4,7411
	2/3 cv	3,1607
	hortwitz	

- $SD = \frac{\sqrt{\sum x-xbar^2}}{n-1} = \frac{\sqrt{200}}{8-1}$
= 5,3452

- $RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100$

$$= \frac{5,3452}{3232,5}$$

$$= 0,16$$

- Cv Hortwitz

$$2^{1-(0,5 \log C)} = 2^{1-(0,5 \log 3232,5)}$$

$$= 4,7411$$

- 2/3 CV Hortwitz

$$2/3 \ 4,7411$$

$$= 3,1607$$

- RSD < 2/3 CV Hortwitz

$$0,16 < 3,1607$$

Presisi diterima

7. Penentuan presisi kalsium

Kadar Ca (mg/L)	x - xbar	x - xbar ₂
962	2,25	5,0625
958	-1,75	3,0625
956	-3,75	14,0625
960	0,25	0,0625
962	2,25	5,0625
958	-1,75	3,0625
959,75	jumlah	35,5
	SD	2,2519
	RSD	0,23
	cv horwitz	5,6919
	2/3 cv hortwitz	3,7946

- $$SD = \frac{\sqrt{\sum x-xbar^2}}{n-1}$$

$$= \frac{\sqrt{35,5}}{8-1}$$

$$= 2,2519$$

- $$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100$$

$$= \frac{2,2519}{959,75}$$

$$= 0,23$$

- Cv Hortwiz

$$2^{1-(0,5\log C)} = 2^{1-(0,5\log 959,75)}$$

$$= 5,6919$$

- 2/3 CV Hortwitz

$$2/3 \cdot 5,6919$$

$$= 3,7946$$

- RSD < 2/3 CV Hortwitz

$$0,23 < 3,7946$$

Presisi diterima

8. Penentuan % recovery kesadahan total

SPIKE SAMPEL DAN
STANDAR 1200mg/L

Pengulangan	V		M		BM	V Standar (mL)	V Sampel (mL)	kadar
	Na ₂ EDTA (mL)	EDTA (N)	Na ₂ EDTA (N)	EDTA (N)	CaCO ₃			
1	6,33		0,01		100	1	1,5	4220
2	6,33		0,01		100	1	1,5	4220
3	6,33		0,01		100	1	1,5	4220
4	6,33		0,01		100	1	1,5	4220
5	6,33		0,01		100	1	1,5	4220
6	6,33		0,01		100	1	1,5	4220
7	6,33		0,01		100	1	1,5	4220
8	6,33		0,01		100	1	1,5	4220
							RATA- RATA	4220

SPIKE
SAMPEL

Pengulangan	V		M		BM CaCO	V Sampel	kadar (mg/L)	
	Na ₂ EDTA (mL)	EDTA (N)	Na ₂ EDTA (N)	EDTA (N)				
1	4,8		0,01		100	1,5	3200	
2	4,8		0,01		100	1,5	3200	
							RATA RATA	3200

PENENTUAN %
RECOVERY

Kadar CaCO ₃ sampel dan spike (a)	Kadar sampel (b)	kadar standar CaCO ₃ (c)
4220	3200	1000
	%	102
	recovery	

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{kadar sampel dan spike} - \text{kadar sampel}}{\text{kadar standar}}$$

$$= \frac{4220 - 3200}{1000} \times 100$$

$$= 102 \%$$

% recovery diterima

9. % recovery kesadahan Ca

SPIKE SAMPEL DAN
STANDAR 1200 mg/L

Pengulangan	V Na ₂ EDTA (mL)	M Na ₂ EDTA (N)	BM Ca	V Standar (mL)	V Sampel (mL)	kadar Ca mg/L
1	5,07	0,01	40	1	1,5	1352
2	5,07	0,01	40	1	1,5	1352
3	5,08	0,01	40	1	1,5	1354,67
4	5,09	0,01	40	1	1,5	1357,33
5	5,07	0,01	40	1	1,5	1352
6	5,08	0,01	40	1	1,5	1354,67
7	5,07	0,01	40	1	1,5	1352
8	5,06	0,01	40	1	1,5	1349,33
					RATA-RATA	1353

SPIKE
SAMPEL

Pengulangan	V Na ₂ EDTA (mL)	M Na ₂ EDTA (N)	BM Ca	V Sampel	kadar ca
1	3,64	0,01	40	1,5	970,67
2	3,64	0,01	40	1,5	970,67
				RATA	970,67
				RATA	

PENENTUAN %
RECOVERY

Kadar Ca sampel dan spike kadar spike dan sampel (a)	Kadar Ca kadar sampel (b)	kadar Ca kadar standar (c)
1353	970,67	400
	% recovery	95,58

$$\begin{aligned} \% \text{ recovery} &= \frac{\text{kadar sampel dan spike} - \text{kadar sampel}}{\text{kadar standar}} \\ &= \frac{1353 - 970,67}{400} \times 100 \\ &= 95,58 \% \end{aligned}$$

% recovery diterima

10. Penentuan LOD dan LOQ kesadahan total

konsentrasi (ppm)	kadar kesadahan total (mg/L)	Y1	Y-Y1	(Y-Y1) ²
1000	1000	1003,877	-3,877	15,0311
1200	1210	1203,877	6,123	37,4911
1500	1500	1503,877	-3,877	15,0311
2500	2510	2503,877	6,123	37,4911
3000	3000	3003,877	-3,877	15,0311
SLOPE	1			120,0756
INTERSEP	3,877		S X/Y	6,3265
R ²	1		LOD	18,9796
			LOQ	63,2654

Persamaan regresi $y = 1,000 x + 3,877$

$$R = 1,000$$

- 1000 ppm

$$\begin{aligned} Y_i &= 1,000 x + 3,877 \\ &= 1,000 (1000) + 3,877 \\ &= 1003,877 \end{aligned}$$

- 1200 ppm

$$\begin{aligned} Y_i &= 1,000 x + 3,877 \\ &= 1,000 (1200) + 3,877 \\ &= 1203,877 \end{aligned}$$

- 1500 ppm

$$\begin{aligned} Y_i &= 1,000 x + 3,877 \\ &= 1,000 (1500) + 3,877 \\ &= 1503,877 \end{aligned}$$

- 2500 ppm

$$\begin{aligned} Y_i &= 1,000 x + 3,877 \\ &= 1,000 (2500) + 3,877 \\ &= 2503,877 \end{aligned}$$

- 3000 ppm

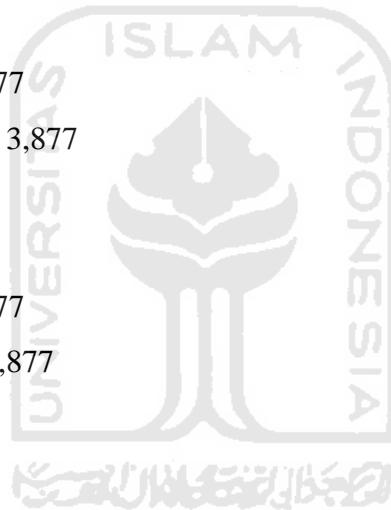
$$\begin{aligned} Y_i &= 1,000 x + 3,877 \\ &= 1,000 (3000) + 3,877 \\ &= 3003,877 \end{aligned}$$

- Penentuan Standar Deviasi

$$S^{x/y} = \sqrt{\frac{\sum(Y_i - Y_c)^2}{n-2}}$$

$$S^{x/y} = \sqrt{\frac{120,0756}{5-2}}$$

$$S^{x/y} = 6,3265$$



$$\text{LOD} = \frac{3 \times S_{x/y}}{\text{slope}}$$

$$\text{LOD} = \frac{3 \times 6,3265}{1,000 \text{ mg/L}}$$

$$\text{LOD} = 18,9796 \text{ mg/L}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S_{x/y}}{\text{slope}}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 6,32654}{1,000 \text{ mg/L}}$$

$$\text{LOQ} = 63,26548427 \text{ mg/L}$$

11. Penentuan LOD dan LOQ kesadahan Ca

KURVA STANDAR		LOD LOQ		
konsentrasi (ppm)	kadar Ca (mg/L)	Y1	Y-Y1	(Y-Y1) ²
1000	404	402,591	1,409	1,9852
1200	484	482,391	1,609	2,5889
1500	600	602,091	-2,091	4,3722
2500	1008	1001,091	6,909	47,7342
3000	1200	1200,591	-0,591	0,3493
SLOPE	0,399	jumlah		57,03
INTERSEK	3,591	S X/Y		4,36
R ²	0,999	LOD		32,7823
		LOQ		109,2743

Persamaan regresi $y = 0,399x + 3,591$

$$R = 0,999$$

- 1000 ppm
 $Y_i = 0,399x + 3,591$
 $= 0,399(1000) + 3,591$
 $= 402,591$
- 1200 ppm
 $Y_i = 0,399x + 3,591$

$$= 0,399 (1200) + 3,591$$

$$= 482,391$$

- 1500 ppm

$$Y_i = 0,399x + 3,591$$

$$= 0,399 (1500) + 3,591$$

$$= 602,091$$

- 2500 ppm

$$Y_i = 0,399x + 3,591$$

$$= 0,399 (2500) + 3,591$$

$$= 1001,091$$

- 3000 ppm

$$Y_i = 0,399x + 3,591$$

$$= 0,399 (3000) + 3,591$$

$$= 1200,591$$

- Penentuan Standar Deviasi

$$S^{x/y} = \sqrt{\frac{\sum(Y_i - Y_c)^2}{n-2}}$$

$$S^{x/y} = \sqrt{\frac{57,030005}{5-2}}$$

$$S^{x/y} = 4,360046062$$

$$LOD = \frac{3 \times S^{x/y}}{slope}$$

$$LOD = \frac{3 \times 4,360046062}{0,399 \text{ mg/L}}$$

$$LOD = 32,78230122 \text{ mg/L}$$

$$LOQ = \frac{10 \times S^{x/y}}{slope}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 4,360046062}{0,399 \text{ mg/L}}$$

$$\text{LOQ} = 109,2743 \text{ mg/L}$$

12. Pengulangan minggu ke 2

PENENTUAN KESADAHAN TOTAL

Pengulangan	V Na ₂ EDTA (mL)	M CaCO ₃	BM CaCO ₃	V Sampel (mL)	Kadar (mg/L)	x - xbar	x - xbar ₂
1	6,47	0,01	100	2	3235	2,5	6,25
2	6,46	0,01	100	2	3230	-2,5	6,25
3	6,46	0,01	100	2	3230	-2,5	6,25
4	6,47	0,01	100	2	3235	2,5	6,25
5	6,47	0,01	100	2	3235	2,5	6,25
6	6,48	0,01	100	2	3240	7,5	56,25
7	6,47	0,01	100	2	3235	2,5	6,25
8	6,46	0,01	100	2	3230	-2,5	6,25
				\bar{x}	3233,75	jumlah	100
						SD	3,7796
						rSD	0,11
						cv	4,7408
						horwitz	
						2/3 cv	3,1605
						hortwitz	

PENENTUAN KALSIUM

Pengulangan	V Na ₂ EDTA (mL)	M Na ₂ EDTA (N)	BM Ca	V Sampel	Kadar Ca (mg/L)	x - xbar	x - xbar ₂
1	4,81	0,01	40	2	962	2,25	5,0625
2	4,8	0,01	40	2	960	0,25	0,0625
3	4,81	0,01	40	2	962	2,25	5,0625
4	4,79	0,01	40	2	958	-1,75	3,0625
5	4,78	0,01	40	2	956	-3,75	14,0625
6	4,8	0,01	40	2	960	0,25	0,0625
7	4,81	0,01	40	2	962	2,25	5,0625
8	4,79	0,01	40	2	958	-1,75	3,0625

\bar{x}	959,75	jumlah	35,5
		SD	2,2519
		RSD	0,23
		cv	
		horwitz	5,6919
		2/3 cv	
		hortwitz	3,7946

13. Pengulangan minggu ke 3

PENENTUAN KESADAHAN TOTAL

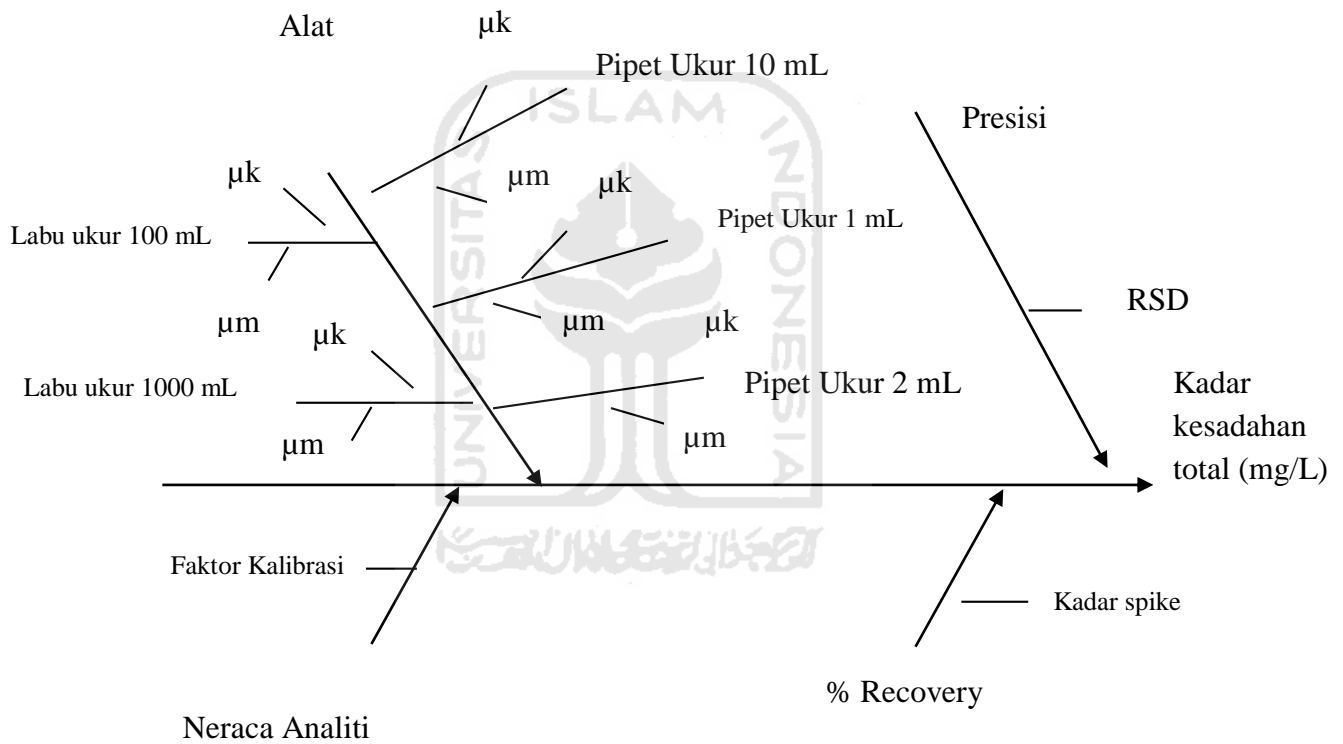
Pengulangan	V Na ₂ EDTA (mL)	M CaCO ₃	BM CaCO ₃	V Sampel (mL)	Kadar (mg/L)	x - xbar	x - xbar ₂
1	6,47	0,01	100	2	3235	0,625	0,3906
2	6,47	0,01	100	2	3235	0,625	0,3906
3	6,46	0,01	100	2	3230	-4,375	19,1406
4	6,48	0,01	100	2	3240	5,625	31,6406
5	6,47	0,01	100	2	3235	0,625	0,3906
6	6,47	0,01	100	2	3235	0,625	0,3906
7	6,46	0,01	100	2	3230	-4,375	19,1406
8	6,47	0,01	100	2	3235	0,625	0,3906
				rata-rata	3234,375	jumlah	71,875
						SD	3,2043
						rSD	0,99
						cv horwitz	4,7407
						2/3 cv	3,1604
						hortwitz	

PENENTUAN KALSIUM

Pengulangan	V Na ₂ EDTA (mL)	M Na ₂ EDTA (N)	BM Ca	V Sampel	Kadar Ca (mg/L)	x - xbar	x - xbar ₂
1	4,78	0,01	40	2	956	-2,25	5,0625
2	4,79	0,01	40	2	958	-0,25	0,0625
3	4,79	0,01	40	2	958	-0,25	0,0625
4	4,79	0,01	40	2	958	-0,25	0,0625
5	4,8	0,01	40	2	960	1,75	3,0625
6	4,79	0,01	40	2	958	-0,25	0,0625
7	4,79	0,01	40	2	958	-0,25	0,0625
8	4,8	0,01	40	2	960	1,75	3,0625
				\bar{x}	958,25	jumlah	11,5

SD	0,66143783
rSD	0,069026
cv	5,6932821
horwitz	
2/3 cv	3,7955214
hortwitz	

14. Ketidakpastian kesadahan total



- Presisi

$$\mu = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

s = standar deviasi

n = pengulangan

$$= \frac{5,3452}{\sqrt{8}}$$

$$= 1,889$$

$$\mu^2 = 1,889^2$$

$$= 3,5683$$

- % Recovery

$$\mu = \% \text{ Recovery} \sqrt{\frac{\frac{sd}{\sqrt{3}}}{\text{kadar spike+sampel}}}$$

$$102 \% \sqrt{\frac{\frac{5,3452}{\sqrt{3}}}{4220 \text{ mg/L}}}$$

$$= 0,0209$$

$$\mu^2 = 0,0209^2$$

$$= 0,0004$$

- Neraca

$$\mu = \frac{\mu}{k}$$

$$= \frac{0,000072 \text{ g}}{1,98}$$

$$= 0,000036$$

$$\mu^2 = 0,000036^2$$

$$= 0,0000000013$$

- Alat

- Pipet ukur 2 mL

$$\mu k = \frac{\mu}{k}$$

$$= \frac{0,02}{\sqrt{3}}$$

$$= 0,0115$$

$$\mu m = \frac{(\text{suhu ruang} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times \text{volume pipet}$$

$$= \frac{(29^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 2 \text{ mL}$$

$$= 0,00218$$

$$\mu c = \sqrt{(\mu k)^2 + (\mu m)^2}$$

$$= \sqrt{(0,0115)^2 + (0,00218)^2}$$

$$= 0,0117$$

$$\mu = \left(\frac{\mu c}{\text{volume}} \right)$$

$$= \left(\frac{0,0117}{2 \text{ mL}} \right)$$



$$= 0,005875716$$

$$\mu^2 = 0,005875716^2$$

$$= 3,4524\text{E-}05$$

- Pipet ukur 1 mL

$$\mu_k = \frac{\mu}{k}$$

$$= \frac{0,02}{\sqrt{3}}$$

$$= 0,0115$$

$$\mu_m = \frac{(\text{suhu ruang} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times \text{volume pipet}$$

$$= \frac{(29^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 1 \text{ mL}$$

$$= 0,001$$

$$\mu_c = \sqrt{(\mu_k)^2 + (\mu_m)^2}$$

$$= \sqrt{(0,0115)^2 + (0,00109)^2}$$

$$= 0,01159845$$

$$\mu = \left(\frac{\mu_c}{\text{volume}} \right)$$

$$= \left(\frac{0,01159845}{1 \text{ mL}} \right)$$

$$= 0,01159845$$

$$\mu^2 = 0,01159845^2$$

$$= 0,000134524$$

- Pipet ukur 10 mL

$$\mu_k = \frac{\mu}{k}$$

$$= \frac{0,05}{\sqrt{3}}$$

$$= 0,0288$$

$$\mu_m = \frac{(\text{suhu ruang} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times \text{volume pipet}$$

$$= \frac{(29^{\circ}\text{C} - 20^{\circ}\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 10 \text{ mL}$$

$$= 0,0109$$

$$\mu = \sqrt{(\mu_k)^2 + (\mu_m)^2}$$

$$= \sqrt{(0,0288)^2 + (0,0109)^2}$$

$$= 0,03086103$$

$$\mu_c = \left(\frac{\mu_c}{\text{volume}} \right)$$

$$= \left(\frac{0,03086103}{10 \text{ mL}} \right)$$

$$= 0,003086103$$

$$\mu^2 = 0,003086103^2$$

$$= 9,52403\text{E-}06$$

- Labu ukur 100 mL

$$\mu_k = \frac{\mu}{k}$$

$$= \frac{0,08}{\sqrt{3}}$$

$$= 0,0416$$

$$\mu_m = \frac{(\text{suhu ruang} - 20^{\circ}\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times \text{volume labu ukur}$$

$$= \frac{(29^{\circ}\text{C} - 20^{\circ}\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 100 \text{ mL}$$

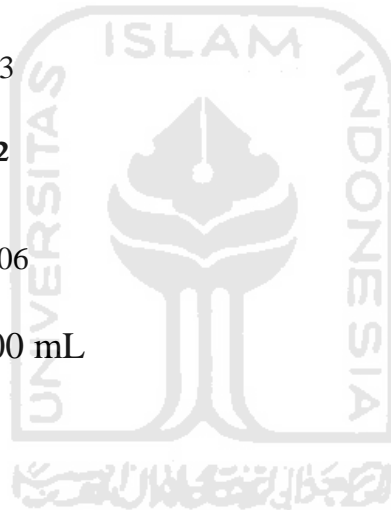
$$= 0,1091$$

$$\mu_c = \sqrt{(\mu_k)^2 + (\mu_m)^2}$$

$$= \sqrt{(0,0416)^2 + (0,1091)^2}$$

$$= 0,118491913$$

$$\mu = \left(\frac{\mu_c}{\text{volume}} \right)$$



$$= \left(\frac{0,118491913}{100 \text{ mL}} \right)$$

$$= 0,001184919$$

$$\mu^2 = 0,001184919^2$$

$$= 1,40403\text{E-}06$$

- Labu ukur 1000 mL

$$\mu_k = \frac{\mu}{k}$$

$$= \frac{0,3}{\sqrt{3}}$$

$$= 0,1732$$

$$\mu_m = \frac{(\text{suhu ruang} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times \text{volume pipet}$$

$$= \frac{(29^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 1000 \text{ mL}$$

$$= 1,0911$$

$$\mu_c = \sqrt{(\mu_k)^2 + (\mu_m)^2}$$

$$= \sqrt{(0,0416)^2 + (0,1091)^2}$$

$$= 1,1048$$

$$\mu = \left(\frac{\mu_c}{\text{volume}} \right)$$

$$= \left(\frac{1,1048}{1000 \text{ mL}} \right)$$

$$= 0,0011048$$

$$\mu^2 = 0,0011048^2$$

$$= 1,2207\text{E-}06$$

$$(\mu \text{ alat})^2 = (\mu \text{ pipet ukur } 2\text{ml})^2 + (\mu \text{ pipet ukur } 1\text{mL})^2 + (\mu \text{ pipet ukur } 10 \text{ mL})^2 + (\text{labu ukur } 100\text{mL}) + (\text{labu ukur } 1000\text{mL})^2$$

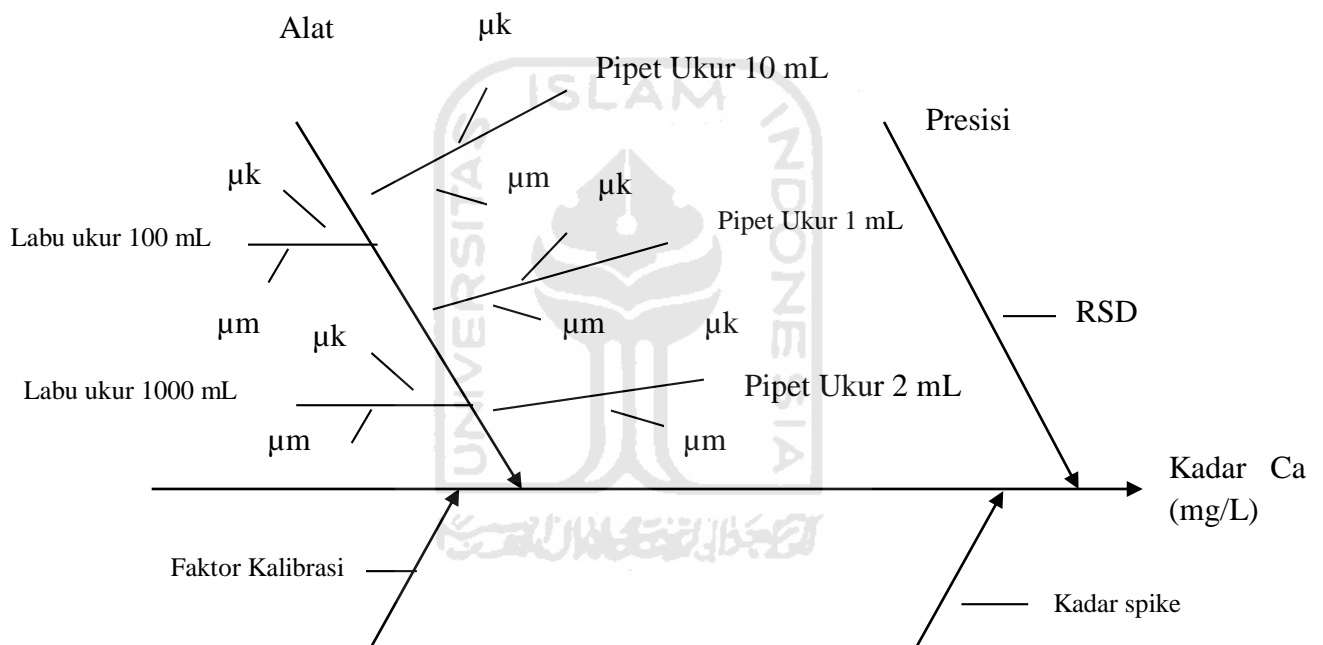
$$= (3,4524\text{E-}05) + (0,000134524) + (1,40403\text{E-}06) + (1,40403\text{E-}06) + (1,2207\text{E-}06)$$

$$= 0,000181197$$

- Ketidakpastian gabungan

$$\begin{aligned} & \sqrt{(\mu \text{ alat})^2 + (\mu \text{ presisi})^2 + (\mu \% \text{recovery})^2 + (\mu \text{ neraca})^2} \\ & = \sqrt{(0,000181197)^2 + (3,568321)^2 + (0,00043)^2 + (0,0000000013)^2} = \\ & = \sqrt{3,5689} \\ & = 1,8891 \end{aligned}$$

15. Ketidakpastian kesadahan Ca



Neraca Analitik

% Recovery

- Presisi

$$\begin{aligned} \mu &= \frac{s}{\sqrt{n}} & s &= \text{standar deviasi} & n &= \text{pengulangan} \\ &= \frac{2,25}{\sqrt{8}} \\ &= 0,79 \end{aligned}$$

$$\mu^2 = 0,79^2$$

$$= 0,6241$$

- % Recovery

$$\mu = 95,5833 \% \sqrt{\frac{\frac{SD}{\sqrt{3}}}{\text{kadar spike+sampel}}}$$

$$95,5833\% \sqrt{\frac{\frac{2,25}{\sqrt{3}}}{1353 \text{ mg/L}}}$$

$$= 0,0295$$

$$\mu^2 = 0,0295^2$$

$$= 0,00087$$

- Neraca

$$\mu = \frac{\mu}{k}$$

$$= \frac{0,000072 \text{ g}}{1,98}$$

$$= 0,000036$$

$$\mu^2 = 0,000036^2$$

$$= 0,0000000013$$

- Alat

- Pipet ukur 2 mL

$$\mu k = \frac{\mu}{k}$$

$$= \frac{0,02}{\sqrt{3}}$$

$$= 0,0115$$

$$\mu m = \frac{(\text{suhu ruang} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times \text{volume pipet}$$

$$= \frac{(29^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 2 \text{ mL}$$

$$= 0,00218$$

$$\mu c = \sqrt{(\mu k)^2 + (\mu m)^2}$$



$$= \sqrt{(0,0115)^2 + (0,00218)^2}$$

$$= 0,0117$$

$$\mu = \left(\frac{\mu c}{\text{volume}} \right)$$

$$= \left(\frac{0,0117}{2\text{mL}} \right)$$

$$= 0,005875716$$

$$\mu^2 = 0,005875716^2$$

$$= 3,4524\text{E-}05$$

- Pipet ukur 1 mL

$$\mu k = \frac{\mu}{k}$$

$$= \frac{0,02}{\sqrt{3}}$$

$$= 0,0115$$

$$\mu m = \frac{(\text{suhu ruang} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times \text{volume pipet}$$

$$= \frac{(29^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 1\text{ mL}$$

$$= 0,001$$

$$\mu c = \sqrt{(\mu k)^2 + (\mu m)^2}$$

$$= \sqrt{(0,0115)^2 + (0,00109)^2}$$

$$= 0,01159845$$

$$\mu = \left(\frac{\mu c}{\text{volume}} \right)$$

$$= \left(\frac{0,01159845}{1\text{mL}} \right)$$

$$= 0,01159845$$

$$\mu^2 = 0,01159845^2$$

$$= 0,000134524$$

- Pipet ukur 10 mL

$$\begin{aligned}\mu_k &= \frac{\mu}{k} \\ &= \frac{0,05}{\sqrt{3}}\end{aligned}$$

$$= 0,0288$$

$$\mu_m = \frac{(\text{suhu ruang} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times \text{volume pipet}$$

$$= \frac{(29^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 10 \text{ mL}$$

$$= 0,0109$$

$$\begin{aligned}\mu &= \sqrt{(\mu_k)^2 + (\mu_m)^2} \\ &= \sqrt{(0,0288)^2 + (0,0109)^2}\end{aligned}$$

$$= 0,03086103$$

$$\begin{aligned}\mu_c &= \left(\frac{\mu_c}{\text{volume}} \right) \\ &= \left(\frac{0,03086103}{10 \text{ mL}} \right)\end{aligned}$$

$$= 0,003086103$$

$$\mu^2 = 0,003086103^2$$

$$= 9,52403\text{E-}06$$

- Labu ukur 100 mL

$$\begin{aligned}\mu_k &= \frac{\mu}{k} \\ &= \frac{0,08}{\sqrt{3}}\end{aligned}$$

$$= 0,0416$$

$$\begin{aligned}\mu m &= \frac{(\text{suhu ruang} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times \text{volume labu ukur} \\ &= \frac{(29^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 100 \text{ mL} \\ &= 0,1091\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu c &= \sqrt{(\mu k)^2 + (\mu m)^2} \\ &= \sqrt{(0,0416)^2 + (0,1091)^2} \\ &= 0,118491913\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu &= \left(\frac{\mu c}{\text{volume}} \right) \\ &= \left(\frac{0,118491913}{100 \text{ mL}} \right) \\ &= 0,001184919\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu^2 &= 0,001184919^2 \\ &= 1,40403\text{E-}06\end{aligned}$$

- Labu ukur 1000 mL

$$\begin{aligned}\mu k &= \frac{\mu}{k} \\ &= \frac{0,3}{\sqrt{2}} \\ &= 0,1732\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu m &= \frac{(\text{suhu ruang} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times \text{volume pipet} \\ &= \frac{(29^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 1000 \text{ mL} \\ &= 1,0911\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu c &= \sqrt{(\mu k)^2 + (\mu m)^2} \\ &= \sqrt{(0,0416)^2 + (0,1091)^2} \\ &= 1,1048\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu &= \left(\frac{\mu\text{c}}{\text{volume}}\right) \\ &= \left(\frac{1,1048}{1000 \text{ mL}}\right) \\ &= 0,0011048 \\ \mu^2 &= 0,0011048^2 \\ &= 1,2207\text{E-}0\end{aligned}$$

$$(\mu \text{ alat})^2$$

$$\begin{aligned}&= (\mu \text{ pipet ukur 2ml})^2 + (\mu \text{ pipet ukur 1mL})^2 + (\mu \text{ pipet ukur 10 mL})^2 \\ &\quad + (\text{labu ukur 100mL}) + (\text{labu ukur 1000mL})^2 \\ &= (3,4524\text{E-}05) + (0,000134524) + (1,40403\text{E-}06) + (1,40403\text{E-}06) + \\ &\quad (1,2207\text{E-}06) \\ &= 0,000181197\end{aligned}$$

- Ketidakpastian gabungan

$$\begin{aligned}&\sqrt{(\mu \text{ alat})^2 + (\mu \text{ presisi})^2 + (\mu \% \text{recovery})^2 + (\mu \text{ neraca})^2} \\ &= \sqrt{(0,000181197) + (0,6241) + (0,00087) + (0,0000000013)} \\ &= \sqrt{0,6251} \\ &= 0,7906\end{aligned}$$