

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**PERBANDINGAN METODE UJI ANALISIS FOSFOR PADA  
PELUMAS SECARA TITRIMETRI DAN X-RAY  
FLUORESCENCE SPECTROMETRY (XRF) DI BALAI BESAR  
BAHAN DAN BARANG TEKNIK (B4T) BANDUNG**

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



**Disusun oleh:**

**Isma Masrurotul Fahriyah  
NIM: 18231006**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
YOGYAKARTA  
2021**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**PERBANDINGAN METODE UJI ANALISIS FOSFOR PADA  
PELUMAS SECARA TITRIMETRI DAN X-RAY  
FLUORESCENCE SPECTROMETRY (XRF) DI BALAI BESAR  
BAHAN DAN BARANG TEKNIK (B4T) BANDUNG**

**COMPARISON OF TEST METHODS OF PHOSPHORE  
ANALYSIS OF TYTRIMETRIC LUBRICANTS AND X-RAY  
FLUORESCENCE SPECTROMETRY (XRF) IN BALAI BESAR  
BAHAN DAN BARANG TEKNIK (B4T) BANDUNG**



**Disusun oleh:**

**Isma Masrurotul Fahriyah**

**NIM: 18121006**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
YOGYAKARTA  
2021**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**PERBANDINGAN METODE UJI ANALISIS FOSFOR PADA  
PELUMAS SECARA TITRIMETRI DAN X-RAY  
FLUORESCENCE SPECTROMETRY (XRF) DI BALAI BESAR  
BAHAN DAN BARANG TEKNIK (B4T) BANDUNG**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Isma Masrurotul Fahriyah**

**NIM : 18231006**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan  
Program Studi D III Analisis Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia  
Pada tanggal

**Menyetujui,**

**Ketua Prodi DIII Analisis Kimia**



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

**Pembimbing**



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

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN PRAKTEK KERJA LAPANGAN**

**PERBANDINGAN METODE UJI ANALISIS FOSFOR PADA PELUMAS  
SECARA TITRIMETRI DAN X-RAY FLUORESCENCE SPECTROMETRY  
(XRF) DI BALAI BESAR BAHAN DAN BARANG TEKNIK (B4T)  
BANDUNG**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Isma Masrurrotul Fahriyah**

**NIM : 18231006**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 26 Agustus 2021

**Susunan Tim Penguji**

**Pembimbing**



**Tri Esti Purbaningfias, S.Si., M.Si.,  
NIK. 132311102**

**Penguji I**



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

**Penguji II**



**Thorikul Huda, S.Si., M.Sc.,  
NIK. 052316003**

**Mengetahui,  
Dekan Fakultas MIPA UII**



**Prof. Riyanto, Ph.D.  
NIK. 006120101**

## **PERNYATAAN**

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian manapun yang dimaksudkan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Science (A.Md.Si) atau gelar lainnya di Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak ada bagian yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali bagian yang secara tertulis diacu dalam laporan ini dan telah disebutkan pada halaman daftar pustaka. Saya memperbolehkan sebagian pengutipan karya ini sebagai materi praktikum setelah penerbitan karya ini.

Bandung, 19 Juli 2021

Isma Masrurotul Fahriyah

## MOTTO

*“Jangan menganggap diamnya seseorang sebagai sikap sombongnya, bisa jadi dia sedang sibuk bertengkar dengan dirinya sendiri”*

**(Ali bin Abi Thalib)**

*“Waktu bagaikan pedang. Jika kamu tidak memanfaatkannya dengan baik, maka ia akan memanfaatkanmu”*

**(HR. Muslim)**

*“Sesungguhnya Allah tidak akan mengubah nasib suatu kaum sehingga mereka mengubah keadaan yang ada pada diri mereka sendiri.”*

**(Q.S Ar-Ra’d: 11)**

*“Jangan kamu merasa lemah dan jangan bersedih, sebab kamu paling tinggi derajatnya jika kamu beriman.”*

**(Q.S Ali Imran: 139)**

## HALAMAN PERSEMBAHAN

### *Alhamdulillahirabbil'alamiin*

Puji syukur kehadiran Allah SWT, atas limpah rahmatnya sehingga saya dapat menyelesaikan tugas akhir ini dengan baik dan lancar. Dengan pertolongan Allah SWT, telah memberikan saya kemudahan dalam setiap langkah saya. Semoga ini menjadi salah satu langkah awal saya menuju kesuksesan.

Saya ucapkan banyak terimakasih kepada:

Ibu dan bapak saya yang telah memberi saya dukungan, motivasi, do'a yang tiada hentinya dipanjatkan sehingga saya dapat menyelesaikan tugas akhir dengan tepat waktu. Tanpa dukungan ibu dan bapak saya tidak bisa sampai sekarang ini. Semoga ibu dan bapak mendapatkan tempat yang derajatnya paling tinggi.

Ibu Esti Purbaningtias, M.Si., yang dengan sabar telah banyak membimbing saya dalam proses penyusunan tugas akhir ini. Serta ibu bapak dosen beserta staff Prodi D3 Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia yang telah memberikan dukungan dengan tulus mengarahkan, menuntun dan memberi banyak ilmu kepada saya.

Keluarga besar B4T khususnya yang berada di laboratorium kimia yang telah membantu saya dalam proses pengambilan data untuk tugas akhir. Tak lupa ibu eny selaku pembimbing saya di tempat PKL yang telah memberikan bimbingan kepada saya, teh sanny, teh elva dan a ilham yang telah mengajarkan saya banyak hal.

Teman-teman PKL saya, gina, risha, april, gagan dan yuga yang selalu memberikan dukungan, bantuan dan semangat kepada saya, bercanda gurau kalian membuat suasana yang lebih nyaman saat PKL.

Teman-teman saya, elsa, sari, putri, carina, tenti, milati dan semuanya yang tidak bisa disebutkan satu persatu yang telah membantu dan menemani saya dalam proses penyusunan tugas akhir, terutama gina yang selalu sabar mendengarkan semua keluh kesah saya dan mau menemani saya kemanapun. Semoga Allah membalas kebaikan kalian semua.

## KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh,*

Puji syukur kita panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis diberi kelancaran dan kemudahan dalam menyelesaikan Laporan Praktik Kerja Lapangan yang berjudul “Perbandingan Metode Uji Posfat secara Titrimetri dan *X-Ray Floerescence Spectrometry* pada sampel pelumas” di Balai Besar Bahan dan Barang Teknik. Laporan Praktik Kerja Lapangan ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Ahli Madya Sains (A.Md.Si) Program Studi DIII Analis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Penulis tentunya telah dibantu oleh berbagai pihak yang memberikan bimbingan, semangat dan arahan dalam proses penyusunan Laporan Praktik Kerja Lapangan, sehingga pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd.,M.Si.,Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Tri Esti Purbanigtias, S.Si., M.Si. selaku ketua program studi DII Analis Kimia Universitas Islam Indonesia dan selaku pembimbing Praktik Kerja Lapangan.
3. Bapak Thorikul Huda, M.Sc., selaku dosen pembimbing akademik.
4. Bapak Ir. Budi Susanto, MT., selaku kepala Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T).
5. Ibu Eny Susilowati, S.Si., selaku pembimbing Praktek Kerja Lapangan dan kepala laboratorium kimia pelumas di Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T).
6. Seluruh Dosen dan Staf/karyawan DIII Analisis Kimial Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
7. Seluruh staf dan karyawan di Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T) Bandung.



8. Berbagai pihak yang tidak bisa disebutkan satu-persatu yang telah banyak membantu dalam banyak hal.

Terlepas dari semua itu penyusun menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, penyusun mengharapkan kritik dan saran untuk dapat memperbaiki laporan ini menjadi lebih baik. Penyusun mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu penyusun dalam menyusun laporan tugas akhir ini. Akhir kata semoga laporan ini dapat memberikan manfaat dan informasi bagi pembaca maupun pihak yang terkait.

*Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

Bandung, 19 Juli 2021

(Penyusun)

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN.....	v
MOTTO .....	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	vii
KATA PENGANTAR .....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
INTISARI.....	xv
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar belakang .....	1
1.2 Rumusan masalah.....	3
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Profil Instansi .....	4
2.2 Pelumas .....	6
2.3 Zat aditif fosfor .....	8
2.4 Titrimetri.....	9
2.5 X-Ray Floerescence Spectrometry .....	11
2.6 Uji Perbandingan Metode .....	14
BAB III METODOLOGI.....	15
3.1 Alat .....	15
3.2 Bahan .....	15
3.3 Prosedur kerja .....	15
3.3.1 Penentuan Fosfor menggunakan Metode Titirimetri .....	15
3.3.2 Penentuan Fosfor menggunakan Metode XRF .....	18

3.3.3 Uji Perbandingan ( Uji T) .....	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	20
4.1 Penentuan Kadar Fosfor (P) dalam pelumas Metode Titrimetri.....	20
4.1.1 Standardisasi Larutan NaOH 0,1 M.....	20
4.1.2 Standardisasi Larutan HCl 0,1 M.....	21
4.1.4 Penentuan Presisi .....	23
4.1.5 Penentuan Akurasi .....	24
4.1.6 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran.....	24
4.2 Penentuan fosfor menggunakan Metode XRF.....	29
4.2.1 Penentuan kadar fosfor dalam pelumas Metode XRF.....	29
4.2.2 Penentuan Presisi Metode <i>X-Ray Floerescence Spectrometry</i> .....	30
4.2.3 Penentuan Akurasi Metode <i>X-Ray Floerescence Spectrometry</i> .....	31
4.2.4 Estimasi Ketidakpastian .....	32
4.3 Perbandingan Metode Titrimetri dan <i>X-Ray Floerescence Spectrometry</i> dalam Penentuan Kadar Fosfor .....	33
BAB V KESIMPULAN.....	36
5.1 Kesimpulan.....	36
5.2 Saran.....	36
DAFTAR PUSTAKA .....	38

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Prinsip Kerja WDXRF .....	13
Gambar 4. 1 Diagram Tulang Ikan Preparasi sampel .....	25
Gambar 4. 2 Diagram Tulang Ikan Titrasi NaOH.....	26
Gambar 4. 3 Diagram Tulang Ikan Titrasi HCl .....	27
Gambar 4. 4 Diagram Tulang Ikan Titrasi Blangko .....	27
Gambar 4. 5 Diagram Tulang Ikan Ketidakpastian Gabungan .....	28
Gambar 4. 6 Diagram Tulang Ikan untuk Metode XRF .....	32

## DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 Standardisasi Larutan NaOH 0,1 M.....	20
Tabel 4. 2 Standardisasi Larutan HCl 0,1 M.....	21
Tabel 4. 3 Penentuan Kadar Fosfat Metode Titrimetri .....	22
Tabel 4. 4 Hasil Pengujian Presisi Dengan Metode Titrimetri .....	23
Tabel 4. 5 Hasil Pengujian Akurasi dengan Metode Titrimetri .....	24
Tabel 4. 6 Hasil Estimasi Ketidakpastian Preparasi sampel .....	25
Tabel 4. 7 Hasil Estimasi Ketidakpastian Titrasi NaOH.....	26
Tabel 4. 8 Hasil Estimasi Ketidakpastian Titrasi HCl .....	27
Tabel 4. 9 Hasil Estimasi Ketidakpastian Titrasi Blangko .....	28
Tabel 4. 10 Hasil Estimasi Ketidakpastian Gabungan Metode Titrimetri .....	29
Tabel 4. 11 Penentuan Kadar Fosfor dengan Metode XRF .....	30
Tabel 4. 12 Penentuan Presisi Metode XRF .....	31
Tabel 4. 13 Penentuan Akurasi Metode XRF .....	31
Tabel 4. 14 Hasil Estimasi Ketidakpastian Fosfor Metode XRF.....	33
Tabel 4. 15 Uji Homogenitas .....	34
Tabel 4. 16 Perbandingan Metode Uji-t.....	34

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Analisis Data Metode Titrimetri.....	42
Lampiran 2 Analisis Data Metode Xrf.....	48
Lampiran 3 Hasil Perbandingan Uji Statistik .....	50
Lampiran 4 Dokumentasi Praktik Kerja Lapangan.....	51

**PERBANDINGAN METODE UJI ANALISIS FOSFOR PADA  
PELUMAS SECARA TITRIMETRI DAN X-RAY  
FLUORESCENCE SPECTROMETRY (XRF) DI BALAI BESAR  
BAHAN DAN BARANG TEKNIK (B4T) BANDUNG**

Program Studi D3 Analisis Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia

**Isma Masrurotul Fahriyah**  
[18231006@students.uii.ac.id](mailto:18231006@students.uii.ac.id)

**INTISARI**

Telah dilakukan perbandingan metode uji kadar fosfor menggunakan metode titrimetri dan metode *X-Ray Fluorescence Spectrometry* di Balai Besar Bahan dan Barang Teknik Bandung yang bertujuan untuk menentukan kadar fosfor dalam pelumas dan menentukan hasil perbandingan dua metode uji. Uji perbandingan metode dilakukan untuk mengetahui metode mana yang lebih efektif digunakan sebagai uji rutin pada pengujian fosfor dalam pelumas. Parameter yang dilakukan meliputi: presisi, akurasi, estimasi ketidakpastian dan uji-*t*. Hasil pengujian metode titrimetri dan metode XRF secara berturut-turut mendapatkan nilai kadar fosfor 0,0893 %b/b dan 0,0931 %b/b, hasil ini dikatakan baik karena  $\leq 0,12$  %b/b; nilai %RSD 1,23% dan 1,66%, hasil ini dikatakan baik karena %RSD  $\leq 2\%$ ; nilai %*Trueness* 104,43% dan 103,17%, hasil ini dikatakan baik karena masih dalam rentang 95% - 105%; nilai estimasi ketidakpastian 26% dan 17%, hasil ini dikatakan baik karena  $\leq 30\%$ ; nilai uji-*t* menunjukkan bahwa tolak  $H_0$ . Berdasarkan hasil yang diperoleh dapat dikatakan bahwa secara signifikan kedua metode ini memenuhi syarat keberterimaannya dan dapat diterapkan secara rutin di Balai Besar Bahan dan Barang Teknik, akan tetapi metode XRF lebih unggul dari pada metode titrimetri karena nilai estimasi ketidakpastian lebih kecil serta kemungkinan terjadi kesalahan dan kontaminasi dari luar sangat minim karena tidak memerlukan preparasi sampel dan selama metode XRF terkalibrasi secara berkala.

**Kata kunci:** Fosfor, Titrimetri, *X-Ray Fluorescence Spectrometry*, Pelumas, Perbandingan Metode.

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar belakang**

Pelumas merupakan zat kimia yang umumnya berupa cairan yang digunakan diantara dua benda bergerak untuk mengurangi gaya gesek. Sedangkan pelumasan merupakan suatu sistem atau rangkaian pada kendaraan di mana pelumas ditampung, disedot, disaring, kemudian didistribusikan secara menyeluruh ke setiap bagian mesin untuk mengurangi keausan dan friksi. Seiring dengan berkembangnya teknologi kendaraan bermotor serta mesin-mesin industri kebutuhan pelumas di Indonesia terus meningkat. Pelumas yang paling sering digunakan yaitu pelumas pada mesin pembakaran dalam (internal combustion) (Mujiman, 2011).

Secara komersial minyak pelumas yang banyak beredar adalah jenis minyak yang berbahan dasar minyak mineral dan minyak sintetis. Pelumas berbahan dasar minyak mineral yang terbuat dari minyak mentah yang mengandung senyawa parafin, naftalena dan aromatik. Minyak mineral memiliki sifat transparan atau tidak berwarna, tidak berbau dan tersusun dari campuran senyawa organik sederhana. Minyak pelumas berbahan sintetis merupakan minyak pelumas yang ditambahkan dengan senyawa kimia tertentu yang tidak ada dalam minyak pelumas mineral. Molekul senyawa kimia dirancang sesuai dengan molekul minyak pelumas mineral, dan biasanya ditambah dengan zat aditif yang bertujuan untuk meningkatkan kualitas pelumas. Pelumas sintetis memiliki kestabilan terhadap suhu dan oksidasi yang cukup tinggi, penggunaan jangka waktu lama, penguapan yang rendah, dan meningkatkan kinerja mesin cukup tinggi. Pelumas terdiri dari 90% minyak dasar dan 10% zat tambahan. Salah satunya bahan tambahan yaitu zat aditif. Komposisi zat aditif disesuaikan dengan kebutuhan merek oli. Penambahan zat aditif, oli dapat berfungsi dengan maksimal untuk mengurangi gesekan pada setiap komponen di dalam mesin dan keausan, serta mengendalikan kontaminasi atau deposit sehingga tidak mengganggu kinerja mesin (Nugrahani, 2007).



Zat aditif yang ada dalam pelumas merupakan bahan-bahan yang digunakan untuk memperbaiki performa oli dan memperpanjang masa aktif mesin dengan merubah sifat kimia maupun fisika oli (mineral, sintetis, nabati ataupun hewani). Zat aditif ini sangat dibutuhkan bagi pelumas terutama untuk penggunaan motor bakar. Dengan adanya zat aditif ini pelumas oli tidak akan mudah terkontaminasi, molekulnya tidak rusak, tidak bocor, sehingga mampu menjaga mesin yang bekerja pada temperatur tinggi. Komponen zat aditif ini mengandung sulfur, fosfor dan logam. Kurangnya kemampuan zat aditif bisa dideteksi secara langsung pada senyawa yang terikat dengan zat aditif tersebut. Beberapa zat aditif yang mengandung senyawa fosfor dapat diuji secara akurat menggunakan *spectrometric oil analysis* (Sastrawijaya, 1991).

Fosfor pada minyak pelumas berasal dari senyawa aditif anti oksidasi dan anti tekanan ekstrim. Fosfor ini dapat diuji menggunakan metode *X-Ray Floerescence Spectrometry* dan titrimetri yang mengacu pada standar ASTM D-4047 mengenai Metode Uji Standar Fosfor dalam Minyak Pelumas dan Aditif dengan Metode Quinoline Phosphomolybdate. *X-Ray Floerescence Spectrometry* merupakan teknik analisis unsur yang membentuk suatu material dengan dasar interaksi sinar-X dengan material analisis. *X-Ray Floerescence Spectrometry* digunakan secara luas untuk pengujian fosfor dalam minyak pelumas. Persiapan sampel XRF sederhana, akurasi tinggi, presisi tinggi, dan batas deteksi yang baik menjadi alasan utama *X-Ray Floerescence Spectrometry* untuk menjadikan teknik yang sangat baik untuk kontrol mutu minyak pelumas. Sedangkan titrimetri merupakan suatu metode analisis kimia secara kuantitatif yang umumnya digunakan untuk menentukan konsentrasi dari suatu reaktan. Metode ini sering disebut juga dengan analisis volumetrik. Metode titrimetri dalam penentuan fosfor ini jarang digunakan karena membutuhkan waktu yang sangat lama. Hasil dari kedua metode ini di bandingkan dengan mencari presisi, akurasi dan ketidakpastian dari penyumbang ketidakpastiannya. Perbandingan uji metode ini menggunakan uji-*t* yang merupakan membandingkan dua variabel yang berbeda dan dilihat apakah metode ini bisa digunakan bersamaan atau tidaknya.

## **1.2 Rumusan masalah**

Berdasarkan latar belakang dapat dirumuskan rumusan masalah pada penelitian ini, yaitu:

1. Berapakah nilai kadar fosfor yang terdapat pada minyak pelumas yang ditentukan menggunakan metode *X-Ray Floerescence Spectrometry* dan metode titrimetri di Balai Besar Bahan dan Bahan Teknik Bandung?
2. Bagaimana hasil perbandingan pada pengujian fosfor dalam pelumas menggunakan metode *X-Ray Floerescence Spectrometry* dan metode titrimetri di Balai Besar Bahan dan Bahan Teknik Bandung?

## **1.3 Tujuan**

Tujuan dari pengujian ini yaitu:

1. Menentukan nilai kadar fosfor yang terdapat pada minyak pelumas yang ditentukan menggunakan metode *X-Ray Floerescence Spectrometry* dan metode titrimetri di Balai Besar Bahan dan Bahan Teknik Bandung.
2. Menentukan hasil perbandingan pada pengujian fosfor dalam pelumas menggunakan metode *X-Ray Floerescence Spectrometry* dan metode titrimetri di Balai Besar Bahan dan Bahan Teknik Bandung.

## **1.4 Manfaat**

Manfaat yang diperoleh dari hasil penelitian ini yaitu:

1. Dapat mengetahui kadar kandungan fosfor pada minyak pelumas di Balai Besar Bahan dan Bahan Teknik Bandung.
2. Dapat mengetahui ada atau tidaknya perbedaan hasil dari kedua metode yang digunakan, serta dapat membandingkan metode yang lebih efektif dan selektif dalam menentukan kadar fosfor dalam minyak pelumas di Balai Besar Bahan dan Bahan Teknik Bandung.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Profil Instansi**

Balai Besar Bahan dan Barang Teknik didirikan pada tahun 1909 di Batavia (yang sekarang dinamakan Jakarta) oleh pemerintah Hindia Belanda dengan nama Laboratorium Voor Metal Onderzoek dibawah naungan Burgelizke Openbake Warken (yang sekarang menjadi Depertemen PU). Kemudian tahun 1912-1942 dipindah tempatkan ke kompleks Teachnische Hogeschool (yang sekarang menjadi ITB), dengan kedudukan balai berada dibawah Van Ekonomische (Depertemen Perekonomian / Perdagangan), setelah kekuasaan dibawah pemerintahan Jepang berubah nama menjadi Laboratorium Zeiro Sikendya dan berubah lagi menjadi Laboratorium Kogio Sikendya. Pada tahun 1945-1961 terjadi perubahan nama menjadi Balai Penyelidikan Bahan-bahan yang berkedudukan di bawah Kementerian Kemakmuran, yang kemudian berpidah kedudukan dari Kementerian Perekonomian menjadi berada dibawah Kementerian Perindustrian dan menempati Jalan Sangkuriang Bandung dengan nama Balai Penelitian Bahan – Bahan. Pada tahun 1963-sekarang telah terjadi beberapa pergantian kedudukan hingga sekarang menjadi Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (SK Menteri Perindustrian No. 43/M-IND/PER/6/2006).

Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T) merupakan institusi dibawah naungan Badan Penelitian Dan Perkembangan Industri (BPPI) kementerian perindustrian. Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T) merupakan salah satu satuan kerja dengan status layanan umum atau BLU yang telah banyak berkontribusi terhadap dunia industri tanah air. B4T memiliki mobilitas dan pengalaman dibidang jasa teknis seperti pengujian penyelenggara uji profisiensi, kalibrasi, sertifikasi, inspeksi teknik, pelatihan teknis serta kerja sama litbang yang sah. Layanan jasa dan pengujian di B4T terdapat dua sub layanan yaitu pengujian bahan dan barang teknik yang semuanya telah memenuhi standar nasional maupun internasional. Penyelenggaraan layanan uji profisiensi di B4T berlatar belakang daya saing di pasar nasional yang menuntut adanya penjaminan mutu suatu produk yang sesuai dengan standar yang ditetapkan serta memiliki peran suatu pengujian

dengan akurasi yang sesuai, sehingga dapat dijadikan gambaran kompetensi laboratorium suatu lembaga atau instansi dalam melakukan kegiatan pengujian maupun kegiatan kalibrasi.

Layanan jasa kalibrasi bahan dan barang teknik memiliki tujuan untuk mendukung sistem mutu yang di terapkan di berbagai industri pada peralatan laboratorium dan produksi yang dimiliki dan mengetahui seberapa jauh perbedaan penyeimbangan antara nilai benar dengan nilai yang ditunjukkan oleh alat ukur. Pentingnya peranan kalibrasi dalam suatu industri adalah sebagai salah satu tolak ukur jaminan mutu suatu produk. Kegiatan kalibrasi dilakukan secara periodik sesuai dengan persyaratan standar dan verifikasi teknis yang berlaku. Pelaksanaan layanan jasa sertifikasi B4T dengan komitmen layanan yang transparan, obyektif, profesional, tepat dan tanggap serta mengutamakan kepuasan pelanggan dan tidak berpihak bebas kepentingan. Sebagai unit layanan otonom, layanan sertifikasi, personil di dukung oleh peraturan menteri perindustrian republik Indonesia dengan ruang lingkup antara lain sertifikasi petugas pengambil contoh. B4T telah bersertifikat akreditasi dari KAN untuk layanan jasa sertifikasi produk dengan nomor LSP-005-IDN Instensi teknik. Penyelenggaraan pelatihan teknis (vokasi industri) di B4T berfungsi untuk meningkatkan SDM industri baik dalam negeri maupun luar negeri dalam rangka menunjang pemenuhan standar kompetensi SDM yg di butuhkan oleh industri dalam kaitannya penyelenggaraan jasa pelatihan teknis.

B4T merupakan Approved Training Body (ATB) dari Internasional Institute of Welding (IIW) dan Indonesian Welding Society (IWS). Penyelenggaraan layanan konsultasi jasa penelitian, pengembangan dan perekayasaan. B4T berfokus pada kompetensi pada inti B4T yaitu rekayasa material fungsional dan diversifikasi energi, serta mendukung Making Indonesia 4.0 yang akan bermanfaat untuk kebutuhan industri di Indonesia maupun global. Terfokus pada penelitian, pengembangan, dan rekayasa untuk meningkatkan kemampuan teknologi industri dan penguasa teknologi aplikatif di industri. B4T telah banyak meraih penghargaan dengan pelayanan publik yang tanggap, terjamin dan terpercaya, serta menjunjung tinggi etiket pelayanan publik B4T yaitu responsif, amanah, memuaskan, aman dan

hati-hati menjadikan B4T sebagai pelayan publik terbaik yang di akui secara nasional dan internasional.

B4T memiliki visi menjadi Lembaga Litbangyasa Handal yang mampu memberikan Penjaminan Mutu Bahan dan Barang Teknik, dan misi:

1. Melaksanakan Litbangyasa aplikatif berbasis material fungsional dan diversifikasi energi serta terintegrasi dengan perguruan tinggi, dunia usaha/industri, dan lembaga riset terkait,
2. Memanfaatkan sarana dan prasarana Lembaga Penilaian Kesesuaian yang profesional untuk peningkatan daya saing produk industri nasional,
3. Melaksanakan peningkatan infrastruktur berbasis kompetensi untuk mencapai pengakuan Nasional dan Internasional,
4. Melaksanakan kerjasama Nasional dan Internasional dalam kerangka daya saing industri,
5. Menerapkan sistem pengelolaan Keuangan BLU yang lebih efektif, konsisten dan akuntabel.

## **2.2 Pelumas**

Pelumas atau yang lebih dikenal dengan nama oli dapat didefinisikan sebagai suatu zat yang berada diantara dua permukaan yang bergerak secara relatif agar dapat mengurangi gesekan antar permukaan tersebut. Prinsip dasar dari pelumasan itu sendiri adalah mencegah terjadinya solid friction (gesekan padat). Bahan pelumas berasal dari minyak bumi yang merupakan campuran beberapa organik, terutama hidrokarbon. Secara umum fungsi pelumas adalah untuk mencegah atau mengurangi keausan dan gesekan. Selain berfungsi mengurangi gaya gesek, pelumas juga berfungsi mendinginkan dan mengendalikan panas yang keluar dari mesin serta mengendalikan kontaminan atau kotoran guna memastikan mesin bekerja dengan baik. Bagian mekanisme mesin yang sulit dilumasi membutuhkan pelumas yang cukup banyak. Oli biasanya diperoleh dari pengolahan minyak bumi yang dilakukan melalui proses destilasi bertingkat berdasarkan titik didihnya. Pelumas merupakan zat kimia yang digunakan untuk mengurangi gaya gesek dua benda yang bergerak. Minyak pelumas atau lebih dikenal oli mampu masuk ke

dalam celah mesin untuk melapisi celah-celah mesin. Lapisan akan menempel sangat kuat pada komponen mesin dan sulit dilepas. Hal ini membuat setiap kali komponen mesin yang mayoritas terbuat dari logam bergesekan, lapisan tersebut dapat menjadi penghalang terjadinya gesekan langsung. Pelumas juga diberikan pada lubang sekat antara silinder dan torak. Fungsi sekat ini sebagai pencegah kebocoran tekanan dari ruang pembakaran. Keadaan optimum pelumasan logam dapat dicapai jika permukaan logam yang bersentuhan dilapisi secara sempurna oleh minyak pelumas, untuk mendapatkan minyak pelumas yang sempurna. Sehingga karakteristik dan jenis oli yang digunakan harus diperhatikan. Konsentrasi logam pada minyak pelumas akan meningkat seiring waktu operasional motor dan tergantung pada jumlah jenis bahan bakar dan kondisi mekanik mesin (Darmanto, 2011).

Pelumas dipilih sesuai jenis kegunaan, kekentalan dan mutu. Dari kegunaan, ada pelumas yang sangat kental seperti gel yang biasa disebut grease atau gemuk. Begitu kentalnya gemuk akan menempel terus kekomponen yang dilumasi dan tidak akan menetes, sehingga cocok untuk komponen-komponen terbuka seperti engsel pintu, sendi sendi batang kemudian (tierod), lengan suspensi, dan lain sebagainya. Untuk melumasi komponen yang sifatnya lebih penting dan rumit seperti mesin, transmisi dan gardan (diferensial), diperlukan pelumas yang lebih encer ketimbang gemuk. Pelumas encer yang biasa disebut oli ini dapat bergerak rinci melalui permukaan komponen yang saling bergesekan. Selain itu kondisi yang lebih encer ini memastikan setiap permukaan logam tertutup pelumas. Oli untuk mesin lebih encer dari pada yang digunakan pada roda gigi (transmisi, gardan). Agar pelumas dapat disirkulasi melalui saluran-saluran kecil dan sempit dalam mesin dengan lancar. Sedangkan pada roda gigi, pelumas disirkulasi dengan bantuan putaran roda gigi itu sendiri. Tingkat kekentalan tinggi pelumas terangkat oleh gerigi roda, dan pelumas yang kental dapat meredam suara gesekan lebih baik. Untuk membedakan pelumas mesin dan pelumas roda gigi, dapat dilihat dari kekentalannya, atau dilihat dari label kemasannya, engine oil atau gear oil. Dari semua jenis pelumas, pelumas mesinlah yang paling penting karena didalam mesin terjadi berbagai macam gesekan yang memerlukan pelicin supaya tidak mudah aus.

Karena kerja pelumas pada mesin lebih berat, maka pengantiannya harus lebih sering dibandingkan dengan pelumas lainnya (Siskayanti, 2015).

### 2.3 Zat aditif fosfor

Fosfor biasanya berasal dari aditif anti-aus dengan konsentrasi 1.600 ppm yang menunjukkan bahwa pelumas memiliki formula anti-aus yang banyak ditambahkan. Fosfat merupakan salah satu zat aditif yang digunakan dalam pelumas sebagai anti oksidasi dan anti tekanan ekstrim. Antioksidasi dalam mengendalikan suhu, sistem temperatur pelumas secara langsung menyesuaikan dan bereaksi pada suhu komponen yang memanaskan akibat bekerja satu sama lain. Ketika terjadi hubungan antara logam dengan logam, banyak panas yang diserap sehingga pelumas berperan sangat penting membantu proses penyerapan panas dengan cara mentransfer permukaan yang mempunyai suhu tinggi dan memindahkannya ke media lain yang suhunya lebih rendah. Hal ini memerlukan sirkulasi pelumas dalam jumlah banyak dan konstan. Fungsi zat aditif fosfor ini untuk mencegah terjadi oksidasi pada kondisi suhu tinggi. Senyawa yang banyak digunakan zat aditif yaitu *dialkyl-dithiophosphat* yang mengandung sulfur, fosfat dan logam-logam seperti zinc, magnesium atau vanadium (Sukirno, 1988).

Aditif tekanan ekstrim yang umum digunakan yaitu ester organo-fosfor, turunan yang mengandung sulfur dan hidrokarbon terklorinasi pada suhu tinggi dapat mengembangkan film multilayer pada permukaan baja yang bertindak sebagai polimer pelumas selama sistem pengerjaan logam. Film ini membatasi gesekan dan mengontrol keausan. Zat yang ditambahkan fosfor, sifat fisik dan kimia dari ester fosfat  $O = P(OR)_3$  dapat diubah secara signifikan yang bergantung pada gagasan substituen R (alkil dan tambahan aril). Ester fosfat diketahui bereaksi lebih cepat dengan oksida besi dibandingkan dengan besi logam pada permukaan baja. Adanya permukaan logam yang teroksidasi, permukaan oksida atau hidroksida awal ditambahkan ke fosfat, memutuskan ikatan P-O dan menghasilkan dialkil fosfat yang terikat pada permukaan dan melepaskan fenol tersubstitusi. Reaksi lanjutan melepaskan fenol tersubstitusi yang tersisa meninggalkan polifosfat besi. Jika ada oksida atau hidroksida terbatas di permukaan, ikatan C-O fosfat dapat dipecah

melepaskan gugus aril yang kemudian menambahkan gugus aril yang terikat pada fosfat lain sehingga menghasilkan diaril fosfat yang terikat sama dan ester fosfat terlarut dengan berat molekul yang lebih tinggi. Ester fosfat juga mudah dibuang ke arah akhir aktivitas pemesisan dengan pencucian air seperti yang ditunjukkan oleh kapasitas pengemulsinya. Spesialis fosfat yang paling sering digunakan untuk menghasilkan bahan mentah adalah  $\text{POCl}_3$ , tetapi dapat digantikan oleh  $\text{H}_3\text{PO}_4$  atau  $\text{PCl}_5$ .

## 2.4 Titrimetri

Analisis titrimetri merupakan suatu analisis kuantitatif dengan mereaksikan suatu larutan yang ditambahkan ke dalam larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya dengan tujuan mengetahui komponen yang akan ditetapkan kadarnya. Proses pelaksanaannya disebut dengan titrasi, yaitu menambahkan sedikit demi sedikit larutan standar yang telah distandardisasi sampai mencapai titik ekuivalensi hingga mengalami perubahan warna yang disebut titik akhir titrasi. Salah satu titrasi yaitu titrasi asam basa. Titrasi asam basa merupakan titrasi netralisasi yang melibatkan reaksi asam dengan basa yang dapat dinyatakan:



Kadar suatu sampel basa ditetapkan dengan larutan standar asam disebut titrasi asidimetri, sedangkan apabila kadar suatu sampel asam yang ditetapkan dengan larutan standar basa disebut titrasi alkalimetri. Berdasarkan jalannya reaksi yang terjadi, titrasi dapat dibedakan atas:

- a. Titrasi langsung (*Direct titration*), yaitu larutan sampel dapat langsung dititrasi dengan larutan standar/ baku.
- b. Titrasi tidak langsung (*Indirect titration*), yaitu larutan sampel direaksikan dulu dengan pereaksi yang mempunyai jumlah kepekatan tertentu, kemudian hasil reaksi dititrasi dengan larutan standar/ baku.
- c. Titrasi kembali (*Back titration*), yaitu titrasi yang dilakukan bila sampel tidak bereaksi dengan larutan baku atau reaksinya lambat. Hal ini dilakukan penambahan zat ketiga yang telah diketahui kepekatannya, hasil titrasi berlebih dan kelebihanannya dititrasi dengan larutan baku.



d. Titrasi penggantian (*Displacement titration*), dilakukan bila unsur yang akan ditetapkan tidak bereaksi langsung dengan larutan baku, tidak bereaksi secara stokiometri dengan larutan baku, dan tidak saling mempengaruhi (*not interact*) dengan larutan penunjuk (Nurdianingrum, A., 2011).

Indikator yang digunakan dalam titrasi asam basa diantaranya yaitu, timol biru yang memiliki warna merah dalam kondisi asam dan berwarna kuning dalam kondisi basa. Bromfenol biru yang memiliki warna kuning dalam kondisi asam dan berwarna ungu kebiruan dalam kondisi basa. Metil jingga yang memiliki warna jingga pada kondisi asam dan berwarna kuning pada kondisi basa. Metil merah yang memiliki warna merah pada kondisi asam dan berwarna kuning pada kondisi basa. Klorofenol biru yang memiliki warna kuning pada kondisi asam dan berwarna merah pada kondisi basa. Bromtimol biru yang memiliki warna kuning pada kondisi asam dan berwarna biru pada kondisi basa. Kresol merah yang memiliki warna kuning pada kondisi asam dan berwarna merah pada kondisi basa. Fenolftalein yang tidak berwarna pada kondisi asam dan berwarna pink kemerahan pada kondisi basa. Indikator yang biasa digunakan pada titrasi asam basa yaitu fenolftalein (Chang, 2005).

Fosfor memiliki rumus kimia tunggal yaitu P. Unsur fosfor diperairan tidak ditemukan dalam bentuk bebas sebagai elemen, melainkan dalam bentuk senyawa anorganik yang terlarut (ortofosfat dan polifosfat) dan senyawa organik yang berupa partikulat. Senyawa fosfor membentuk kompleks ion besi dan kalsium pada kondisi aerob, bersifat tidak larut, dan mengendap pada sedimen sehingga tidak dapat dimanfaatkan oleh algae akuatik (Effendi, 2003). Fosfor merupakan bahan makanan utama yang digunakan oleh semua organisme untuk pertumbuhan dan sumber energi. Fosfor di dalam air laut, berada dalam bentuk senyawa organik dan anorganik. Dalam bentuk senyawa organik, fosfor dapat berupa gulafosfat dan hasil oksidasinya, nukloeprotein dan fosfo protein. Sedangkan dalam bentuk senyawa anorganik meliputi ortofosfat dan polifosfat. Senyawa anorganik fosfat dalam air laut pada umumnya berada dalam bentuk ion (orto) asamfosfat ( $H_3PO_4$ ), dimana 10% sebagai ion fosfat dan 90% dalam bentuk  $HPO_4^{2-}$ . Fosfat merupakan unsur yang penting dalam pembentukan protein dan membantu proses metabolisme sel

suatu organisme (Hutagalung et al, 1997). Fosfat terdapat dalam tiga bentuk yaitu  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$  dan  $\text{PO}_4^{3-}$ . Fosfat umumnya diserap oleh tanaman dalam bentuk ion ortofosfat primer  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  atau ortofosfat sekunder  $\text{HPO}_4^{2-}$  sedangkan  $\text{PO}_4^{3-}$  lebih sulit diserap oleh tanaman. Bentuk yang paling dominan dari ketiga fosfat tersebut dalam tanah bergantung pada pH tanah (Engelstad, 1997). Pada pH lebih rendah, tanaman lebih banyak menyerap ion ortofosfat primer, dan pada pH yang lebih tinggi ion ortofosfat sekunder yang lebih banyak diserap oleh tanaman (Hanafiah, 2005). Semua polifosfat mengalami hidrolisis membentuk ortofosfat. Perubahan ini tergantung pada suhu. Suhu yang mendekati titik didih, perubahan pada polifosfat menjadi ortofosfat berlangsung lebih cepat. Kecepatan ini meningkat dengan penurunannya nilai pH. Perubahan polifosfat meenjadi ortofosfat pada air limbah yang mengandung bakteri akan berlangsung lebih cepat dibandingkan dengan perubahan yang terjadi pada air bersih (Effendi, 2003).

Beberapa penelitian terkait analisis kadar fosfor pada tanah yang telah dilakukan diantaranya oleh Nisa (2018) menyatakan bahwa kadar fosfor dalam tanah secara spektrofotometri UV-Vis dihasilkan kadar fosfor terendah 4,50 ppm dan tertinggi 12,33 ppm. Banyak faktor yang dapat mempengaruhi ketersediaan fosfor dalam tanah sehingga hasil yang didapat bervariasi.

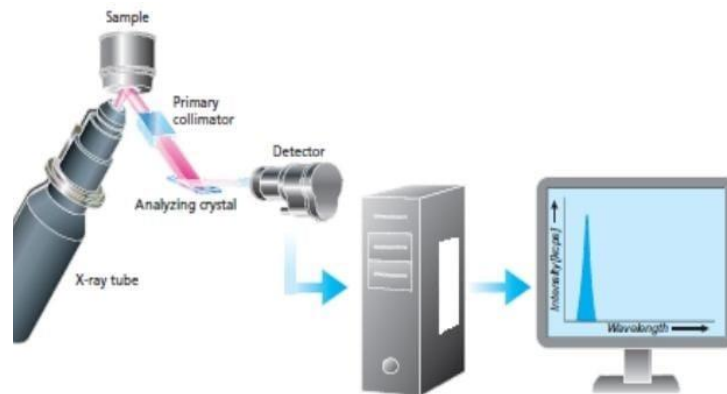
## **2.5 X-Ray Floerescence Spectrometry**

*X-Ray Floerescence Spectrometry* (XRF) merupakan teknik analisa non-destruktif yang digunakan untuk identifikasi serta penentuan konsentrasi elemen yang ada pada sampel padat, bubuk ataupun cair. Secara umum, XRF spektrometer mengukur panjang gelombang komponen material secara individu dari emisi flourosensi yang dihasilkan sampel saat diradiasi dengan sinar-X (Solovyov, 2009). XRF merupakan salah satu metode analisis yang tidak merusak sampel, dapat digunakan untuk analisis unsur dalam bahan secara kualitas dan kuantitas. Hasil analisis kualitatif ditunjukkan oleh puncak spektrum yang mewakili jenis unsur sesuai dengan energi sinar-X karakteristiknya, sedangkan analisis kuantitatif diperoleh dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar.

Metode XRF apabila dilihat dari cara analisisnya terdapat dua jenis *spectrometer* yaitu pemisahan panjang gelombang (*wavelength-dispersive*) dan

pemisahan energi (*energy-dispersive*). Pemisahan panjang gelombang (*wavelength-dispersive*) dapat memanfaatkan kemampuan kristal single untuk mendifraksikan berkas cahaya sehingga dihasilkan pita panjang gelombang yang berbeda-beda. Pemisahan energi dapat dilakukan dengan menggunakan detector yang dapat mengisolasi pita energi yang berbeda-beda. Setiap transisi elektron yang terjadi pada setiap atom unsur, memiliki nilai panjang gelombang tertentu yang telah diketahui besarnya. Instrumentasi XRF terdiri dari dua bagian utama, yaitu sumber utama sinar-X (*primary X-ray*) dan peralatan untuk mendeteksi sinar-X yang dipancarkan dari sampel (*secondary X-ray*) (Setiabudi dkk, 2012).

Prinsip pengukuran XRF berdasarkan terjadinya proses eksitasi elektron pada kulit atom bagian dalam ketika atom suatu unsur tersebut dikenai sinar-X, kekosongan elektron tersebut akan diisi oleh elektron bagian luar dengan melepaskan energi yang spesifik untuk setiap unsur (Saksono, 2002). Elektron dari kulit yang lebih tinggi akan mengisi kekosongan tersebut. Perbedaan energi dari dua kulit itu muncul sebagai sinar-X yang dipancarkan oleh atom. Spektrum sinar-X selama proses tersebut menunjukkan puncak yang karakteristik, dimana setiap unsur akan menunjukkan puncak yang karakteristik yang merupakan landasan dari uji kualitatif untuk unsur-unsur yang ada. Hasil XRF berupa spektrum hubungan energi eksitasi dan intensitas sinar-X. Energi eksitasi menunjukkan unsur penyusun sampel dan intensitas menunjukkan nilai kualitas dari unsur tersebut. Semakin tinggi intensitasnya maka semakin tinggi pula presentase unsur tersebut dalam sampel (Jamaluddin, 2007). Metode XRF akan memberikan nilai intensitas secara total dari unsur tertentu dalam semua bentuk senyawa (Saksono, 2002).



**Gambar 2. 1 Prinsip Kerja WDXRF**

Prinsip kerja WDXRF diawali dengan radiasi sinar-X mengenai sampel dan mengemisikan radiasi ke segala arah. Radiasi dengan arah yang spesifik dapat mencapai colimator, maka pantulan sinar radiasi dari kristal kedetektor akan membentuk sudut  $\theta$ . Sudut ini akan terbentuk jika panjang gelombang yang diradiasikan sesuai dengan sudut  $\theta$  dan sudut  $2\theta$  dari kisi Kristal (sesuai hukum Bragg) oleh detektor (Harifan dkk, t.t). WDXRF (*Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence*) dikenal karena akurasi, presisi, dan keandalannya yang tak tertandingi. Teknologi analitik yang kuat ini dapat digunakan pada semua jenis aplikasi industri, seperti semen, polimer, kilang, pertambangan, dan mineral industri.

Fosfor merupakan unsur kimia yang memiliki lambang P dengan nomor atom 15. Fosfor merupakan senyawa non logam yang memiliki banyak valensi. Konfigurasi elektron atom fosfor dapat dilambangkan dengan  $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^3$ . Tiga orbital setengah terisi masing-masing mampu membentuk ikatan kovalen tunggal dan pasangan elektron bebas tambahan. Berdasarkan pada keelektro-negatifan unsur-unsur yang digabungkannya, fosfor dapat menunjukkan bilangan oksidasi +3 atau -3. Orbital d terluar dalam fosfor memungkinkan perluasan oktet yang mengarah ke keadaan +5, dengan lima ikatan kovalen yang terbentuk dalam senyawa. Penelitian terkait analisis yang menggunakan WDXRF salah satunya, penentuan kadar unsur P dalam oli mesin otomotif yang telah dilakukan oleh Cahyadi, dkk (2020). Menyatakan dalam penelitiannya bahwa kadar fosfor pada

sampel pelumas dengan rata-rata 0,02150 % massa. Hasil pengujian akan mendapatkan hasil yang diterima ketika dilakukan pengendalian mutu. Pengendalian mutu bertujuan untuk memantau keabsahan pengujian dan kalibrasi yang dilakukan dan data yang dihasilkan direkam dengan cara tertentu agar mudah ditelusuri (BSN, 2005).

## 2.6 Uji Perbandingan Metode

Uji perbandingan digunakan untuk membandingkan dua metode yaitu metode titrimetri dan metode *X-Ray Fluorescence Spectrometry*. Uji perbandingan ini menggunakan uji-*t* dua sampel independen untuk mengetahui ada atau tidaknya perbedaan antara dua metode. Sebelum melakukan uji-*t*, dilakukan uji dixon dan uji homogenitas terlebih dahulu. Langkah pertama yaitu uji dixon. Uji dixon merupakan uji buang data. Data akan dibuang apabila data terhitung lebih besar dari data kritis. Data kritis dilihat dari tabel uji dixon sesuai jumlah *n*. Langkah kedua yaitu uji homogenitas. Uji homogenitas yaitu uji yang mengukur seberapa besar perbedaan dua varian atau kelompok. Uji homogenitas membandingkan *F* hitung dengan *F* tabel pada Numerator dan Denominator. Nilai Denominator yaitu jumlah sampel dengan jumlah variable bebas dikurangi satu. Sedangkan nilai Numerator yaitu variable bebas. Uji homogenitas dapat dikatakan homogen apabila  $F < P(F \leq f)$  one-tail, dan sebaliknya dikatakan tidak homogen apa bila  $F > P(F \leq f)$  one-tail. Langkah terakhir yaitu uji-*t*. Uji-*t* adalah uji untuk mengukur tingkat signifikansi masing-masing variabel terikat dengan mean antar kelompok. Uji ini dilakukan dengan membandingkan *t* hitung dengan *t* tabel. Uji-*t* dua variabel yang berbeda memiliki hipotesis apabila dilihat dari  $P(T \leq t)$  two tail  $< 0,05$  maka Tolak  $H_0$  dan  $P(T \leq t)$  two tail  $> 0,05$  maka Gagal tolak  $H_0$ , dan apabila dilihat dari  $t$  stat  $> t$  Critical two test maka Tolak  $H_0$  dan  $t$  stat  $< t$  Critical two test maka Gagal tolak  $H_0$  (Hidayat, 2013).

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

#### **3.1 Alat**

Alat yang digunakan pada pengujian kali ini yaitu botol timbang, spatula, corong, pipet ukur 10 mL dan 25 mL, buret (Iwaki) 25 mL, gelas kimia 400;600;1000 mL, batang pengaduk, kaca arloji, kertas saring, bubuk kertas, erlenmeyer, labu ukur 50;250;500 mL, neraca (Ohaus), pemanas, tanur, cawan crus, pipet mikro, gelas ukur 100 mL, WDXRF Supermini200, sampel holder dan sampel cup XRF.

#### **3.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan pada pengujian ini yaitu sampel pelumas,  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  (KHP),  $\text{KBrO}_3$ , NaOH (Emsure), NaOH 0,1 M, HCl 0,1 M dan 1M, HCl 36%, ZnO, Quinoline clorida, natrium molibdat, indikator PP, indikator timol biru, akuades, akuades bebas asam, campuran indikator PP dan indikator timol biru 2:3 dan etanol 95%.

#### **3.3 Prosedur kerja**

##### **3.3.1 Penentuan Fosfor menggunakan Metode Titrimetri**

###### **3.3.1.1 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M**

Sebanyak 1,0000 g NaOH ditimbang dan dilarutkan dengan akuades di dalam gelas kimia, kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL, ditera, diseke dan dihomogenkan.

###### **3.3.1.2 Pembuatan Larutan HCl 0,1 M**

Sebanyak 4,25 mL HCl p.a dipipet dan dimasukan kedalam labu ukur 500 mL yang sudah ada  $\pm 200$  mL akuades, kemudian di tera, diseke dan dihomogenkan.

###### **3.3.1.3 Standardisasi Larutan NaOH 0,1 M**

Sebanyak 0,2042 g  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  ditimbang dan dilarutkan dengan 10 mL akuades didalam erlenmeyer, ditambahkan 3-5 tetes indikator PP kemudian ditirasi dengan larutan NaOH 0,1 M dalam buret sampai terjadi perubahan warna. Dicatat hasil titik akhir tirasi dan dilakukan duplo. Molaritas larutan NaOH dapat ditentukan menggunakan persamaan (1).

$$M = \frac{1000 \times m_{KHP} \times P_{KHP}}{Mr_{KHP} \times V} \quad \dots(1)$$

Keterangan :

M = Molaritas NaOH;

m KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> = massa KHP yang ditimbang (g);

P KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> = kemurnian KHP;

Mr KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> = Massa atom relatif KHP (g/mol-1); dan

V = Volume titrasi (mL).

### 3.3.1.4 Standardisasi Larutan HCl 0,1 M

Larutan NaOH 0,1 M dipipet sebanyak 10 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer, ditambahkan 3-5 tetes indikator PP kemudian dititrasi dengan larutan HCl 0,1 M sampai terjadi perubahan warna. Hasil titik akhir tirasi dicatat dan dilakukan duplo. Molaritas larutan HCl dapat ditentukan menggunakan persamaan (2).

$$M1.V1 = M2.V2 \quad \dots(2)$$

Keterangan :

M1 = Molaritas larutan NaOH;

M2 = Molaritas larutan baku HCl;

V1 = Volume larutan NaOH; dan

V2 = Volume larutan baku HCl yang digunakan untuk titrasi.

### 3.3.1.5 Penentuan Kadar Fosfat dalam sampel pelumas dengan Metode Titrimetri

Sebanyak 3 g sampel pelumas ditimbang menggunakan cawan porselin, kemudian ditutupi dengan 8 g ZnO. Sampel dipanaskan sampai ZnO menjadi merah panas dan dibakar menggunakan tanur pada suhu 700°C sampai menjadi abu. Sampel yang sudah menjadi abu didinginkan kemudian dimasukkan kedalam gelas kimia dan ditambahkan akuades ±50 mL. Ditambahkan HCl p.a sedikit demi sedikit hingga total asam menjadi 23 mL sambil dipanaskan sampai larut dan bebas hidrogen sulfida (diuji menggunakan kertas timbal asetat). Setelah sampel dingin ditambahkan KBrO<sub>3</sub> 30-50 mg dan dipanaskan kembali hingga bebas Brom. Ditambahkan 150 mL akuades, 30 mL HCl p.a, dan 30 mL Natrium Molibdat

kemudian dididihkan. Ditambahkan dengan perlahan Quinoline HCl 2 mL sambil diaduk sampai total Quinoline HCl 24 mL, ditunggu 15 menit sampai endapan mengendap dan didinginkan sampai suhu kamar. Setelah dingin sampel disaring dengan vakum dialasi bubuk kertas. Dicuci endapan dua kali menggunakan 20 mL HCl 1M, dan dibilas gelas kimia dengan akuades bebas asam sampai warnanya hilang. Dilakukan enam kali pencucian. Dipindahkan endapan kedalam gelas kimia, kemudian ditambahkan 120 mL akuades dan dihomogenkan. Endapan dititrasi dengan NaOH 0,1 M sampai endapan larut kemudian ditambah 5 mL berlebih dan dicatat hasil titik akhir (V1). Ditambahkan enam tetes indikator campuran (indikator PP + Timol Biru 2:3) dan dititrasi dengan HCl 0,1 M sampai terjadi perubahan warna, dicatat hasil tittasi (V2). Hitung kadar fosfat dalam sampel pelumas. Dilakukan juga untuk blanko dengan 5 mL NaOH 0,1 M dititrasi dengan HCl 0,1M dan dicatat hasilnya (V3). Kadar fosfat dalam sampel dapat ditentukan menggunakan persamaan (3).

$$\%fosfor \left(\frac{b}{b}\right) = \frac{[(V1-V2)-(5-V3)] \times 0,01191}{w} \dots(3)$$

Keterangan :

V1 = Volume titrasi NaOH 0,1 M yang ditambahkan (mL);

V2 = Volume titrasi balik HCl 0,1 M (mL);

V3 = Volume titrasi blanko dengan HCl 0,1 M (mL); dan

W = Massa sampel pelumas (g).

### 3.3.1.6 Penentuan Presisi

Nilai presisi dapat ditentukan dengan menghitung nilai standar deviasi dari tujuh kali pengulangan sampel dibagi dengan rata-rata dari hasil pengulangan tersebut kemudian dikalikan dengan 100%. Nilai presisi ditentukan dengan persamaan (4) dan (5).

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{n-1}} \dots(4)$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \dots(5)$$

Keterangan :

X = konsentrasi sampel;



$\bar{X}$  = konsentrasi sampel rata-rata; dan

SD = simpangan baku.

### 3.3.1.7 Penentuan Akurasi

Nilai akurasi ditentukan dengan analisis standar pelumas sebanyak 2 kali pengulangan dan ditentukan menggunakan persamaan (3). Hasil kadar yang diperoleh dari titrasi penentuan kadar fosfor dibandingkan dengan nilai asli yang ada pada sertifikat standar pelumas. Nilai akurasi dapat ditentukan menggunakan persamaan (6).

$$\%Trueness = \frac{\text{konsentrasi yang diperoleh}}{\text{konsentrasi pada sertifikat}} \times 100 \quad \dots(6)$$

### 3.3.2 Penentuan Fosfor menggunakan Metode X-Ray Floerescence Spectrometry

#### 3.3.2.1 Pengoprasian Alat

Instrumen XRF Supermini 200 dinyalakan dengan menekan tombol *ON*, dinyalakan PC komputer kemudian diklik ZSX Guidance yang akan otomatis menghubungkan software dengan XRF Supermini 200, ditunggu suhunya mencapai 36,5°C. Setelah suhu telah tercapai di klik start up pada menu start up/shutdown, dipilih Torn on x-ray, Age x-ray dan Adjust PHA di tunggu ±30 menit. Setelah pengecekan PHA dibuka regulator gas helium kemudian di klik Tube/Atmosphere Change pada menu start up/shutdown dipilih switch atmosphere to ke posisi helium. Sampel dimasukkan ke dalam alat, di klik Analysis untuk pengujian control sampel di klik Control Analysis diberi nama dan dipilih metode control sampel, untuk sampel di klik sampel analysis di beri nama, diatur posisi, dipilih metodenya kemudian di klik Start. Setelah semua hasil keluar disimpan hasil di komputer lalu di *print*. Setelah selesai diswitch atmosphere to ke posisi vakum, dimatikan x-ray, dimatikan komputer dan alat dengan menekan tombol *OFF*.

#### 3.3.2.2 Preparasi Standar dan Sampel

Alat dinyalakan dengan menekan tombol *ON* lalu ditunggu selama ±30 menit. Sampel cup dibuat dengan memberi alas thin film PE dan dipastikan tidak ada kerutan pada alas film. Sampel dan control sampel dimasukkan ±10 mL ke dalam

masing-masing sampel cup yang telah dibuat. Masing-masing wadah di masukkan ke dalam sampel holder.

### **3.3.2.3 Analisa Kadar Fosfat**

Sampel holder yang berisi sampel dimasukkan kedalam tempat *analyzer* alat XRF lalu ditutup. Sampel dianalisis selama  $\pm 5$  menit persampel. Setelah semua sampel telah dianalisis diprint hasil yang diperoleh.

### **3.3.2.4 Penentuan Presisi**

Nilai presisi dapat ditentukan dengan menghitung nilai standar deviasi dari tujuh kali pengulangan sampel dibagi dengan rata-rata dari hasil pengulangan tersebut kemudian dikalikan dengan 100%. Nilai presisi ditentukan menggunakan persamaan (4) dan (5).

### **3.3.2.5 Penentuan Akurasi**

Nilai akurasi ditentukan dengan analisis standar CRM sebanyak 2 kali pengulangan. Hasil yang diperoleh dari alat dibandingkan dengan nilai asli yang ada pada sertifikat CRM. Akurasi dapat ditentukan menggunakan persamaan (6).

### **3.3.3 Uji Perbandingan ( Uji T)**

Data konsentrasi sampel dimasukkan kedalam aplikasi excel kemudian dilakukan uji homogenitas untuk mengetahui kedua sampel homogen atau tidaknya dengan selang kepercayaan 95%, dilakukan juga uji dixon yaitu uji membuang data terendah dan tertinggi yang melebihi nilai kritisnya.

## BAB IV

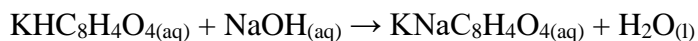
### HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kadar fosfor dalam sampel pelumas. Analisis ini dilakukan menggunakan dua metode yaitu metode titrimetri dan metode XRF. Hal ini dilakukan untuk membandingkan kedua metode mana yang hasilnya lebih selektif dan efektif dalam menentukan kadar fosfor dalam sampel pelumas dan untuk mengetahui apakah ada perbedaan yang signifikan dalam dua metode ini.

#### 4.1 Penentuan Kadar Fosfor (P) dalam pelumas dengan Metode Titrimetri

##### 4.1.1 Standardisasi Larutan NaOH 0,1 M

Standardisasi larutan NaOH merupakan langkah yang harus dilakukan dalam menentukan kadar fosfor di dalam sampel pelumas. Standardisasi larutan NaOH dilakukan untuk mengetahui konsentrasi sebenarnya dari larutan NaOH. Standardisasi larutan NaOH 0,1 M dilakukan dengan menimbang  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  sebanyak 0,2042 g secara duplo, kemudian dilarutkan dengan 10 mL akuades didalam erlenmeyer dan ditambahkan 3-5 tetes indikator PP. Larutan  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  dititrasikan dengan larutan NaOH 0,1 M dalam buret sampai menunjukkan titik akhir yaitu terjadinya perubahan warna dari tidak berwarna menjadi warna merah muda kemudian dicatat volume NaOH 0,1 M yang digunakan untuk titrasi. Reaksi yang terjadi pada proses standardisasi larutan NaOH dengan  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  yaitu :



Hasil data titrasi dapat dilihat dalam Tabel 4.1.

**Tabel 4. 1 Standardisasi Larutan NaOH 0,1 M**

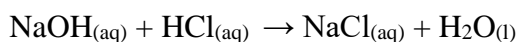
Larutan	Volume titrasi	massa $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$	Perubahan warna	NaOH yang dicari
Standardisasi 1	10,8 mL	0,2042 g	Tidak berwarna → merah muda	0,0926 M
Standardisasi 2	10,6 mL	0,2044 g	Tidak berwarna → merah muda	0,0944 M
Rata-Rata	10,7 mL	0,2043 g		0,0935 M

Berdasarkan hasil dari tabel 4.1 dapat ditentukan konsentrasi larutan NaOH yang sebenarnya dengan menggunakan rumus yang terdapat pada persamaan (1).

Konsentrasi NaOH yang diperoleh dengan rata-rata volume titrasi 10,7 mL dan rata-rata massa  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  0,2043 g menghasilkan rata-rata konsentrasi sebesar 0,0935 M, apabila dibulatkan menjadi 0,1 M. Hasil ini menunjukkan bahwa konsentrasi yang dicari sesuai dengan konsentrasi larutan yang dibuat.

#### 4.1.2 Standardisasi Larutan HCl 0,1 M

Standardisasi larutan HCl merupakan langkah yang harus dilakukan dalam menentukan kadar fosfor dalam sampel pelumas. Standardisasi ini dilakukan untuk mengetahui konsentrasi HCl yang sebenarnya. Standardisasi ini dilakukan dengan memipet larutan NaOH 0,1 M secara duplo sebanyak 10 mL lalu dimasukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan indikator PP 3-5 tetes. Larutan NaOH yang telah ditambahkan dititrasi dengan larutan HCl 0,1 M sampai terjadinya titik akhir dengan perubahan warna dari tidak berwarna sampai menjadi warna merah muda, kemudian dicatat volume HCl 0,1 M yang dipakai untuk titrasi. Setelah titrasi selesai kemudian dihitung konsentrasi larutan yang sebenarnya. Reaksi yang terjadi saat titrasi larutan baku HCl dengan NaOH yaitu:



Hasil dari proses titrasi dapat dilihat dalam Tabel 4.2.

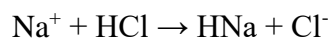
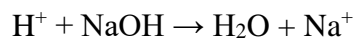
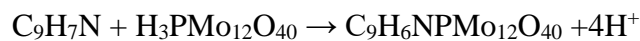
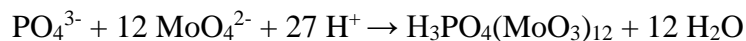
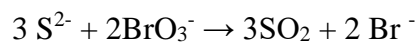
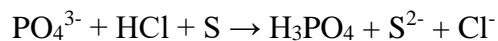
**Tabel 4. 2 Standardisasi Larutan HCl 0,1 M**

Larutan	V analit	V titrasi	Perubahan warna	M HCl yang dicari
Standardisasi 1	10,00 ml	11,70 mL	Tidak berwarna → merah muda	0,1170 M
Standardisasi 2	10,00 mL	11,65 mL	Tidak berwarna → merah muda	0,1165 M
Rata-rata	10,00 mL	11,68 mL		0,1168 M

Berdasarkan hasil dari Tabel 4.2 dapat ditentukan konsentrasi larutan HCl yang sebenarnya dengan menggunakan rumus yang terdapat pada persamaan (2). Konsentrasi HCl yang diperoleh dengan rata-rata volume titrasi 11,68 mL menghasilkan rata-rata konsentrasi sebesar 0,1168 M. Hasil ini menunjukkan bahwa konsentrasi yang dicari sesuai dengan konsentrasi larutan yang dibuat.

### 4.1.3 Penentuan Kadar Fosfat dalam sampel pelumas dengan Metode Titrimetri

Fosfat merupakan salah satu zat aditif yang digunakan dalam pelumas sebagai anti oksidasi dan anti tekanan ekstrim. Apabila kandungan fosfor dalam pelumas melebihi batas maksimum maka mesin yang saling bergesekan akan mengalami oksidasi dan tekanan ekstrim. Kadar fosfor dalam pelumas dapat ditentukan menggunakan proses titrasi. Proses titrasi ini menggunakan metode kuinolin fosfomolibdat. Prinsip dari metode ini yaitu mereaksikan fosfor dengan asam kuat kemudian diendapkan dengan kuinolin molibdat akan membentuk kuinolin fosfomolibdat. Endapan kuinolin fosfomolibdat ditambahkan dengan basa secara berlebih. Sisa basa yang tidak bereaksi dititrasi dengan asam. Endapan kuinolin fosfomolibdat bersifat konstan dan kurang larut jika pH larutan tidak tepat. Reaksi dari percobaan ini sebagai berikut:



Hasil dari penentuan fosfor menggunakan metode titrasi dapat dilihat dalam Tabel 4.3.

**Tabel 4. 3 Penentuan Kadar Fosfat Metode Titrimetri**

Replikasi	V NaOH (mL)	V HCL (mL)	V blanko (mL)	Massa sampel (g)	%Fosfor (b/b)
1	10,90	33,90		3,0000	0,0873
2	11,00	34,80		3,0000	0,0905
3	10,70	34,30		3,0004	0,0897
4	11,25	34,50	6	3,0001	0,0883
5	11,30	34,80		3,0003	0,0893
6	11,50	35,20		3,0001	0,0901
7	12,00	35,60		3,0000	0,0897
Kosentrasi Rata-Rata					0,0893

Berdasarkan hasil dari Tabel 4.3 kadar rata-rata fosfor yang didapat sebesar 0,0893 %b/b. Penentuan kadar fosfor dapat ditentukan menggunakan rumus pada persamaan (3). Hasil ini menunjukkan bahwa kandungan fosfor dalam minyak pelumas memenuhi syarat keberterimaannya yang terdapat dalam SNI-7069.1 yaitu  $\leq 0,12$  % b/b.

#### 4.1.4 Penentuan Presisi

Penentuan presisi pada penelitian ini dilakukan dengan mengukur sampel sebanyak tujuh kali pengulangan kemudian dihitung standar deviasi. Standar deviasi yang didapat dibandingkan dengan rata-rata pengulangan yang homogen kemudian dikali seratus sehingga menghasilkan *Relative Standar Deviasion* (RSD). Penentuan presisi ini dapat menunjukkan seberapa dekatnya pengeukuran sampel yang sama yang dilakukan secara berulang-ulang. Semakin kecil hasil dari presisi maka semakin baik pula nilai koefisien variasinya. %RSD yang baik yaitu  $\leq 2\%$ . Penentuan presisi dapat ditentukan dengan rumus yang terdapat dalam persamaan (4) dan (5). Hasil dari pengujian presisi dapat dilihat dalam Tabel 4.4.

**Tabel 4. 4 Hasil Pengujian Presisi Dengan Metode Titrimetri**

Replikasi	Kadar Fosfor (X)
Sampel 1	0,0873
Sampel 2	0,0905
Sampel 3	0,0897
Sampel 4	0,0883
Sampel 5	0,0893
Sampel 6	0,0901
Sampel 7	0,0897
Xbar	0,0893
Jumlah $(X-Xbar)^2$	$7,3 \times 10^{-06}$
SD	0,0011
%RSD	1,23

Berdasarkan hasil dari Tabel 4.4 dapat dilihat nilai simpangan baku sebesar 0,0011. Nilai %RSD yang diperoleh sebesar 1,23%, hasil ini menunjukkan bahwa nilai %RSD memenuhi syarat keberterimaan %RSD yaitu  $\leq 2\%$ .

#### 4.1.5 Penentuan Akurasi (%*Trueness*)

Akurasi merupakan parameter yang digunakan untuk mengetahui seberapa akuratnya nilai hasil uji antara hasil teoritis dengan hasil yang didapat. Hasil uji akurasi dikatakan baik apabila data yang diperoleh mendekati 100%. Nilai akurasi dalam penelitian ini menggunakan standar CRM (*Certified Reference Material*) Uji Profisiensi (UP) dengan menganalisis sebanyak dua kali yang kemudian dibandingkan dengan konsentrasi CRM UP yang ada dalam sertifikat dengan kode lab 32. Penentuan akurasi (%*Trueness*) dapat dilakukan menggunakan rumus yang terdapat pada persamaan (6). Hasil dari pengujian akurasi terdapat dalam Tabel 4.5.

**Tabel 4. 5 Hasil Pengujian Akurasi dengan Metode Titrimetri**

Konsentrasi Asli UP (%massa)	Konsentrasi yang dicari (%massa)	Akurasi (% <i>Trueness</i> )	Akurasi Rata-rata (% <i>Trueness</i> )
0,0790	0,0830	105,06	104,43
0,0790	0,0820	103,80	

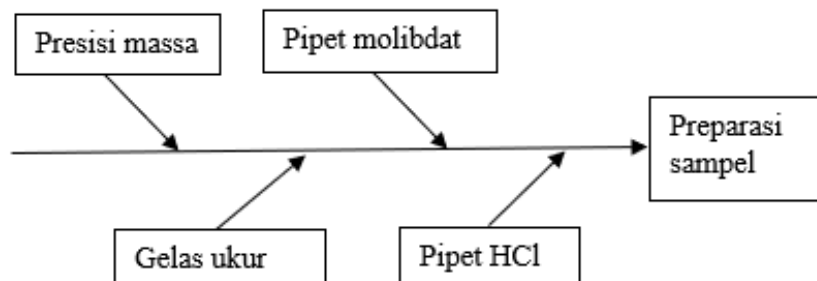
Berdasarkan hasil dari Tabel 4.5 nilai akurasi menggunakan CRM UP dengan nilai kadar sebenarnya sebesar 0,0790% dan nilai yang didapat rata-rata 0,0825% menghasilkan %*Trueness* sebesar 104,43%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa hasil uji akurasi dapat diterima dalam rentang 95%-105%.

#### 4.1.6 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Estimasi ketidakpastian merupakan suatu parameter yang menghitung rentang nilai yang didalamnya terdapat nilai ukur yang benar. Tujuan penentuan nilai estimasi ketidakpastian ini untuk memastikan bahwa hasil penentuan fosfor dalam minyak pelumas menggunakan metode titrimetri dapat dipertanggung jawabkan bahwa hasil pengukuran ini valid. Nilai estimasi ketidakpastian ditentukan dari sebab/akibat sumber penyumbang ketidakpastian dalam pengujian kadar fosfor dan diagram tulang ikan. Estimasi ketidakpastian pengukuran dari rumus kadar dapat dilihat sebagai berikut:

$$\%fosfor \left( \frac{b}{b} \right) = \frac{[(V1 - V2) - (5 - V3)] \times 0,01191}{W}$$

Nilai ketidakpastian pengukuran dapat dilakukan dengan menentukan sumber-sumber ketidakpastian dari diagram tulang ikan. Diagram tulang ikan ini sangat diperlukan untuk mengidentifikasi, menyelidiki dan mencari fakta dari akar penyebab suatu masalah (Gaspersz, 1998). Diagram tulang ikan ditentukan dengan menelusuri prosedur pengujian dan dilihat dari rumus kadar yang digunakan untuk menentukan kadar fosfor dalam sampel pelumas. Estimasi ketidakpastian dalam metode titrimetri terdapat pada saat preparasi sampel, titrasi sampel dengan NaOH, titrasi sampel dengan HCl dan titrasi blangko. Berikut gambar diagram tulang ikan untuk metode titrimetri:



**Gambar 4. 1 Diagram Tulang Ikan Preparasi sampel**

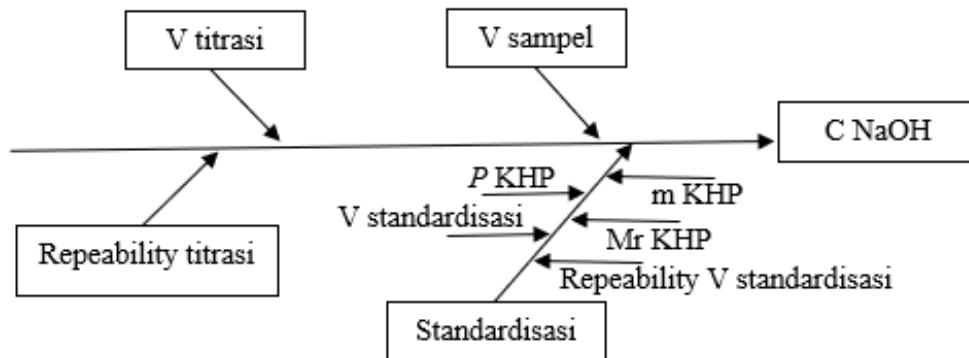
Penyumbang ketidakpastian pada preparasi sampel yaitu presisi massa, pipet yang digunakan untuk pengambilan larutan natrium molibdat, konsentrasi sampel, gelas ukur dan pipet ukur yang digunakan untuk pengambilan larutan HCl. Hasil penyumbang ketidakpastian dari preparasi sampel dapat dilihat dalam tabel 4.6.

**Tabel 4. 6 Hasil Estimasi Ketidakpastian Preparasi sampel**

Ketidakpastian Pengukuran asal	nilai (x)	satuan	$\mu (x)$	$(\mu (x) / (x))^2$
Presisi Massa	3,0001	g	0,0001	$4,1 \times 10^{-10}$
Pipet Molibdat	30	mL	0,0187	$3,9 \times 10^{-7}$
Pipet HCl	30	mL	0,0187	$3,9 \times 10^{-7}$
Gelas ukur Air	150	mL	0,1576	$1,1 \times 10^{-6}$
jumlah				$1,9 \times 10^{-6}$
Konsentrasi sampel (gram)				3,0001
Ketidakpastian gabungan (gram)				0,0041
Ketidakpastian diperluas (gram)				0,0082

Berdasarkan hasil dari tabel 4.6 nilai penyumbang ketidakpastian metode tirimetri dalam proses preparasi sampel dengan konsentrasi sampel 3,0001gram mendapatkan ketidakpastian sebesar 1%.





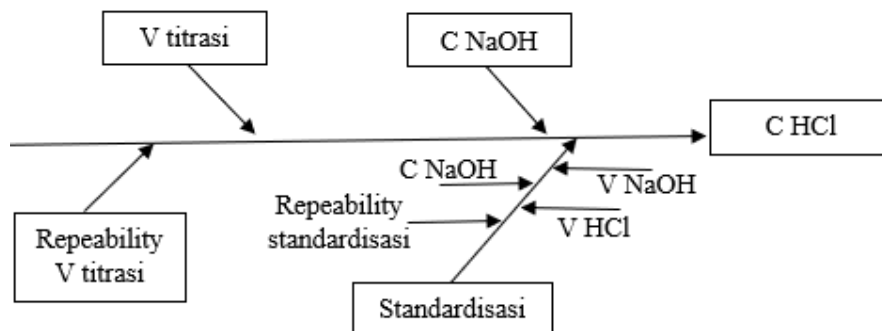
**Gambar 4. 2 Diagram Tulang Ikan Titrasi NaOH**

Penyumbang ketidakpastian pada titrasi NaOH yaitu dari volume titrasi, volume sampel, repeability titrasi, massa KHP, Mr KHP, kemurnian KHP, repeability volume standardisasi dan volume standardisasi. Hasil penyumbang ketidakpastian dari titrasi NaOH dapat dilihat pada tabel 4.7.

**Tabel 4. 7 Hasil Estimasi Ketidakpastian Titrasi NaOH**

Ketidakpastian Pengukuran asal	nilai (x)	satuan	$\mu (x)$	$(\mu (x) / (x))^2$
Volume titrasi	10,7	mL	0,0155	$2,1 \times 10^{-6}$
Volume sampel	10	mL	0,1755	0,0003
Repeability titrasi	11,24	mL	0,1718	0,0002
Repeability volume standar	10,7	%	1,3217	0,0153
massa KHP	0,2043	g	0,0001	$3,6 \times 10^{-7}$
Kemurnian KHP	1		0,0003	$8,3 \times 10^{-8}$
Mr KHP	204,2212	g/mol-1	0,0038	$3,4 \times 10^{-10}$
Volume Standardisasi	10,7	mL	0,0149	$1,9 \times 10^{-6}$
jumlah				0,0158
Konsentrasi sampel (mL)				11,24
Ketidakpastian gabungan (mL)				1,4129
Ketidakpastian diperluas (mL)				2,8257

Berdasarkan hasil dari tabel 4.7 nilai penyumbang ketidakpastian titrasi NaOH dengan konsentrasi sampel rata-rata 11,24 mL mendapatkan ketidakpastian sebesar 25%.



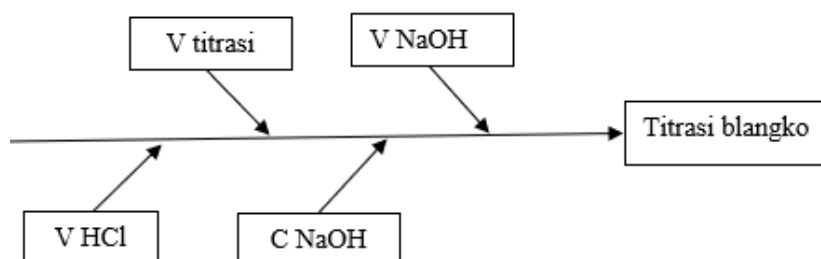
**Gambar 4. 3 Diagram Tulang Ikan Titrasi HCl**

Penyumbang ketidakpastian pada titrasi HCl yaitu dari volume titrasi, volume NaOH, volume HCl, konsentrasi NaOH, repeability volume titrasi dan repeability standardisasi. Hasil dari penyumbang ketidakpastian titrasi HCl dapat dilihat pada tabel 4.8.

**Tabel 4. 8 Hasil Estimasi Ketidakpastian Titrasi HCl**

Ketidakpastian Pengukuran asal	nilai (x)	satuan	$\mu (x)$	$(\mu (x) / (x))^2$
Volume titrasi	34,73	mL	0,0326	$8,8 \times 10^{-7}$
Konsentrasi NaOH	0,0935	M	$1 \times 10^{-5}$	$1,1 \times 10^{-8}$
Volume NaOH	10	mL	0,0029	$8,3 \times 10^{-8}$
Volume HCl	11,68	mL	0,0118	$1,0 \times 10^{-6}$
Repeability Volume Standardisasi	11,68	mL	0,3028	0,0007
Repeability Volume Titrasi	34,73	mL	0,6147	0,0003
Jumlah				0,0010
Konsentrasi sampel (mL)				34,73
Ketidakpastian gabungan (mL)				1,0914
Ketidakpastian diperluas (mL)				2,1827

Berdasarkan hasil dari tabel 4.8 nilai penyumbang ketidakpastian pada saat titrasi HCl dengan konsentrasi sampel rata-rata 34,73 mL mendapatkan ketidakpastian sebesar 6%.



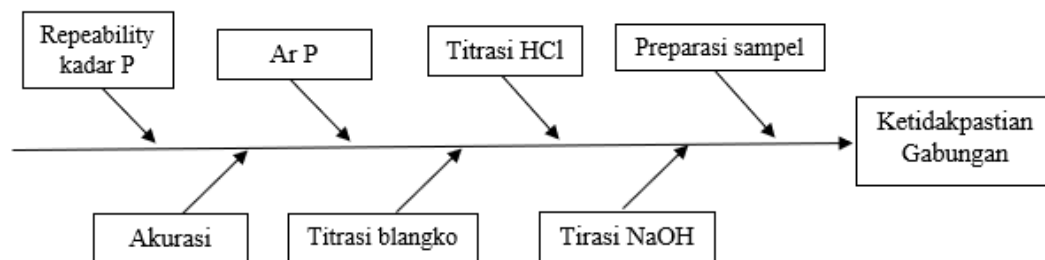
**Gambar 4. 4 Diagram Tulang Ikan Titrasi Blangko**

Penyumbang ketidakpastian titrasi blangko yaitu dari volume titrasi blangko, volume NaOH, volume HCl dan dari konsentrasi NaOH. Hasil penyumbang ketidakpastian titrasi blangko dapat dilihat pada tabel 4.9.

**Tabel 4. 9 Hasil Estimasi Ketidakpastian Titrasi Blangko**

Ketidakpastian Pengukuran asal	nilai (x)	satuan	$\mu (x)$	$(\mu (x) / (x))^2$
Volume titrasi	6,00	mL	0,0133	$4,9 \times 10^{-6}$
Konsentrasi NaOH	0,0935	M	$1 \times 10^{-5}$	$1,1 \times 10^{-8}$
Volume NaOH	5	mL	0,0130	$6,7 \times 10^{-6}$
Volume HCl	10	mL	0,0122	$1,5 \times 10^{-6}$
Jumlah				$1,3 \times 10^{-5}$
Konsentrasi sampel (mL)				6,00
Ketidakpastian gabungan (mL)				0,0217
Ketidakpastian diperluas (mL)				0,0435

Berdasarkan hasil tabel 4.9, nilai penyumbang ketidakpastian dari titrasi blangko dengan konsentrasi sampel 6 mL mendapatkan ketidakpastian sebesar 1%.



**Gambar 4. 5 Diagram Tulang Ikan Ketidakpastian Gabungan**

Hasil dari nilai penyumbang ketidakpastian digabungkan menjadi satu kemudian dikali dengan konsentrasi yang didapat. Penentuan ketidakpastian kadar fosfor dalam sampel pelumas dengan metode titrimetri yaitu dilihat dari ketidakpastian preparasi sampel, ketidakpastian titrasi NaOH, ketidakpastian HCl, ketidakpastian titrasi blangko, akurasi, Ar P dan repeability kadar fosfor. Nilai ketidakpastian yang diperoleh dihitung nilai ketidakpastian gabungan dan nilai ketidakpastian diperluas dengan tingkat kepercayaan 95% menggunakan persamaan (7) dan (8).

$$\text{Ketidakpastian Gabungan } (\mu C) = C \times \sqrt{\sum \left(\frac{\mu x}{x}\right)^2} \dots (7)$$

$$\text{Ketidakpastian Diperluas } (\mu U) = 2 \times \mu C \dots (8)$$

Nilai ketidakpastian gabungan dikalikan dengan suatu faktor pencakupan (k) ketidakpastian untuk memperoleh nilai ketidakpastian diperluas (U) dengan tingkat kepercayaan tertentu. Selang tingkat kepercayaan 95% memiliki faktor cakupan sebesar 2, sedangkan pada selang kepercayaan 99% memiliki faktor cakupan sebesar 3. Hasil dari perhitungan estimasi ketidakpastian penentuan kadar fosfor dalam sampel pelumas menggunakan metode titrimetri dapat dilihat pada tabel 4.10.

**Tabel 4. 10 Hasil Estimasi Ketidakpastian Gabungan Metode Titrimetri**

Ketidakpastian Pengukuran asal	nilai (x)	satuan	$\mu (x)$	$(\mu (x) / (x))^2$
Repeability kadar P	0,0893	% massa	0,0004	$2,2 \times 10^{-5}$
Ar P	30,9738	g/mol-1	$1,4 \times 10^{-15}$	$2,0 \times 10^{-33}$
Akurasi	104,43	%	0,8571	$6,7 \times 10^{-5}$
Preparasi sampel	3,0001	g	0,0041	$1,9 \times 10^{-6}$
Titration HCl	34,73	mL	1,0914	0,0010
Titration NaOH	11,24	mL	1,4125	0,0158
Titration Blangko	6	mL	0,0217	$1,3 \times 10^{-5}$
Jumlah				$1,7 \times 10^{-2}$
Konsentrasi sampel (% massa)				0,0893
Ketidakpastian gabungan (% massa)				0,0116
Ketidakpastian diperluas (% massa)				0,0232

Berdasarkan hasil Tabel 4.10 nilai ketidakpastian gabungan yang diperoleh dari penelitian yang telah dilakukan mendapatkan sebesar 0,0116 % massa dan nilai ketidakpastian diperluas dengan selang kepercayaan 95% mendapatkan sebesar 0,0232 atau sama dengan 26%. Hal ini menunjukkan bahwa pengukuran yang dilakukan dibawah batas maksimum ketidakpastian pengukuran dan dapat diterima. Nilai ketidakpastian pengukuran yang dapat diterima yaitu  $\leq 30\%$  (Riyanto, 2014).

## 4.2 Penentuan fosfor menggunakan Metode *X-Ray Floerescence Spectrometry*

### 4.2.1 Penentuan kadar fosfor dalam sampel pelumas dengan Metode *X-Ray Floerescence Spectrometry*

Metode ini merupakan metode lain yang digunakan untuk menentukan kadar fosfor dalam sampel pelumas dengan intensitas radiasi fluoresensi yang dipancarkan untuk mengidentifikasi unsur-unsur yang berbeda. Prinsip dari percobaan ini yaitu adanya interaksi cahaya dan atom. Sinar-X akan mengenai kulit

atom paling dalam atau kulit yang paling dekat dengan inti, sehingga elektron pada kulit K akan terpental keluar dan elektron pada kulit L atau kulit M akan mengisi kekosongan tersebut sehingga menghasilkan sinar fluoresensi yang terbaca oleh detektor. Hasil kadar dari percobaan ini dapat dilihat pada Tabel 4.11.

**Tabel 4. 11 Penentuan Kadar Fosfor dengan Metode XRF**

Replikasi	Kadar Fosfor (%massa b/b)
Sampel 1	0,0904
Sampel 2	0,0923
Sampel 3	0,0952
Sampel 4	0,0925
Sampel 5	0,0933
Sampel 6	0,0943
Sampel 7	0,0935
Rata-rata	0,0931

Berdasarkan hasil dari Tabel 4.11, kadar fosfor yang didapat dari pengujian ini dengan rata-rata 0,0931 memenuhi syarat keberterimaannya dalam SNI-7069.1 yaitu  $\leq 0,12$  % b/b.

#### **4.2.2 Penentuan Presisi Metode X-Ray Fluorescence Spectrometry**

Penentuan presisi pada penelitian ini dilakukan dengan mengukur sampel sebanyak tujuh kali pengulangan kemudian dihitung standar deviasi. Standar deviasi yang didapat dibandingkan dengan rata-rata pengulangan yang homogen kemudian dikali seratus sehingga menghasilkan *Relative Standar Deviasion* (RSD). Penentuan presisi ini dapat menunjukkan seberapa dekatnya pengukuran sampel yang sama yang dilakukan secara berulang-ulang. Semakin kecil hasil dari presisi maka semakin baik pula nilai koefisien variasinya. %RSD yang baik yaitu  $\leq 2\%$ . Penentuan presisi dapat ditentukan dengan rumus yang terdapat dalam persamaan (4) dan (5). Hasil dari pengujian presisi dapat dilihat dalam Tabel 4.12.

**Tabel 4. 12 Penentuan Presisi Metode XRF**

Replikasi	Konsentrasi (X)
Sampel 1	0,0904
Sampel 2	0,0923
Sampel 3	0,0952
Sampel 4	0,0925
Sampel 5	0,0933
Sampel 6	0,0943
Sampel 7	0,0935
Xbar	0,0931
Jumlah (X-Xbar) <sup>2</sup>	1,4x10 <sup>-5</sup>
SD	0,0015
%RSD	1,66

Berdasarkan hasil dari Tabel 4.8 dapat dilihat nilai simpangan baku sebesar 0,0015. Nilai %RSD yang diperoleh sebesar 1,66%. Hasil ini menunjukkan bahwa nilai %RSD memenuhi syarat keberterimaan %RSD yaitu  $\leq 2\%$ .

#### 4.2.3 Penentuan Akurasi Metode *X-Ray Fluorescence Spectrometry*

Akurasi merupakan parameter yang digunakan untuk mengetahui seberapa akuratnya nilai hasil uji antara hasil teoritis dengan hasil yang didapat. Hasil uji akurasi dikatakan baik apabila data yang diperoleh mendekati 100%. Nilai akurasi dalam penelitian ini menggunakan standar CRM (*Certified Reference Material*) dengan menganalisis sebanyak dua kali yang kemudian dibandingkan dengan konsentrasi CRM yang ada dalam sertifikat. Penentuan akurasi (%*Trueness*) dapat dilakukan menggunakan rumus yang terdapat pada persamaan (6). Menurut CIPAC (*Collaborative Internasional Pesticides Analytical Council Limited*), nilai akurasi yang baik yaitu antara 95%-100%. Hasil dari pengujian akurasi terdapat dalam Tabel 4.13.

**Tabel 4. 13 Penentuan Akurasi Metode XRF**

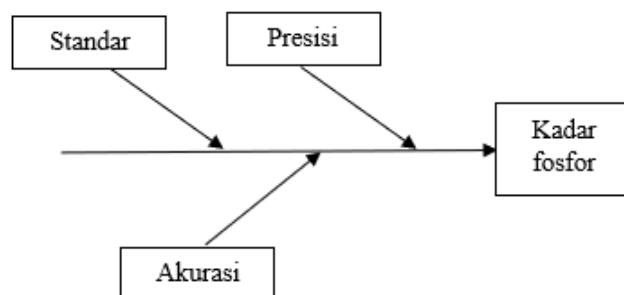
Konsentrasi Asli CRM (% massa)	Konsentrasi Terbaca (% massa)	Akurasi (%trueness)	Akurasi Rata-rata (% Trueness)
0,2001	0,2060	102,95	103,17
0,2001	0,2069	103,40	

Berdasarkan hasil dari Tabel 4.9, nilai akurasi menggunakan CRM dengan nilai konsentrasi sebenarnya sebesar 0,2001% dan nilai yang didapat rata-rata

0,2065% menghasilkan %*Trueness* sebesar 103,17%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa hasil uji akurasi dapat diterima dalam rentang 95%-105%.

#### 4.2.4 Estimasi Ketidakpastian

Estimasi ketidakpastian merupakan suatu parameter yang menghitung rentang nilai yang didalamnya terdapat nilai ukur yang benar. Tujuan penentuan nilai estimasi ketidakpastian ini untuk memastikan bahwa hasil penentuan fosfor dalam minyak pelumas menggunakan metode XRF dapat dipertanggung jawabkan bahwa hasil pengukuran ini valid. Ketidakpastian dapat berasal dari berbagai macam sumber, diantaranya pengambilan sampel, efek matriks sampel, kondisi lingkungan, ketidakpastian dari alat pengukur massa, nilai rujukan, pendekatan-pendekatan, asumsi yang digunakan dalam pengukuran dan variasi acak (Rohman, 2014). Tahapan-tahapan untuk melakukan ketidakpastian antara lain: spesifikasi *measurand*, identifikasi sumber-sumber ketidakpastian yang dibuat dalam diagram tulang ikan, perhitungan ketidakpastian baku, perhitungan ketidakpastian gabungan, dan perhitungan ketidakpastian diperluas (Rohman, 2014). Diagram tulang ikan ini memberikan informasi tentang sumber-sumber ketidakpastian dalam penentuan kadar fosfor. Berikut gambar diagram tulang ikan untuk Metode XRF:



**Gambar 4. 6 Diagram Tulang Ikan untuk Metode XRF**

Penyumbang ketidakpastian pada penentuan kadar fosfor dalam sampel pelumas dengan metode XRF yaitu presisi, akurasi dan konsentrasi standar. Nilai ketidakpastian yang diperoleh dihitung nilai ketidakpastian gabungan dan nilai ketidakpastian diperluas dengan tingkat kepercayaan 95% menggunakan persamaan (7) dan (8). Hasil dari ketidakpastian dapat dilihat dalam Tabel 4.14.

**Tabel 4. 14 Hasil Estimasi Ketidakpastian Fosfor Metode XRF**

Ketidakpastian Pengukuran asal	nilai (x)	satuan	$\mu$ (x)	$(\mu (x) / (x))^2$
Konsentrasi CRM	0,2001	%massa	0,0173	0,0075
Presisi	0,0931	%	0,0006	$3,9 \times 10^{-5}$
Akurasi	103,17	%	0,3083	$8,9 \times 10^{-6}$
Jumlah				0,0075
Konsentrasi sampel (%massa)				0,0931
Ketidakpastian gabungan (%massa)				0,0081
Ketidakpastian diperluas (%massa)				0,0162

Berdasarkan hasil Tabel 4.14 nilai ketidakpastian dengan terjadinya suatu kemungkinan yang ditandai dengan nilai hasil pengujian berada dalam range yang diberikan oleh nilai ketidakpastian, sehingga kadar fosfor yang diperoleh sebesar 0,0931 %b/b dengan persamaan tersebut diperoleh nilai ketidakpastian diperluas sebesar 0,0162 %b/b atau sama dengan 17%b/b. Semakin kecil nilai suatu ketidakpastian, maka semakin akurat juga suatu pengukuran. Hal ini menunjukkan bahwa pengukuran yang dilakukan di bawah batas maksimum dan dapat diterima, nilai ketidakpastian pengukuran yang dapat diterima yaitu  $\leq 30$  % (Riyanto, 2014).

#### **4.3 Perbandingan Metode Titrimetri dan *X-Ray Floerescence Spectrometry* dalam Penentuan Kadar Fosfor**

Uji perbandingan metode digunakan untuk membandingkan dua metode pengujian kadar fosfor dalam sampel pelumas yaitu metode titrimetri dan metode *X-Ray Floerescence Spectrometry*. Uji perbandingan dilakukan dengan menganalisis satu sampel dengan dua prosedur yang berbeda. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui apakah ada perbedaan yang signifikan dalam kedua metode ini. Langkah pertama dihitung Uji dixon terlebih dahulu untuk membandingkan data yang dihitung dengan data kritis. Apabila data yang dihitung lebih besar dari data kritis maka data terendah / tertinggi dibuang, sebaliknya apabila data yang dihitung lebih kecil dari data kritis maka data diterima. Data terkecil dari metode XRF dibuang karena data minimum  $>$  data kritis. Data terbesar dari metode XRF, data terkecil dan terbesar dari metode titrimetri tidak dibuang karena lebih kecil dari data kritis.



Langkah kedua dilakukan uji homogenitas untuk mengetahui apakah dua metode ini homogen atau tidak. Hasil dari uji homogenitas dapat dilihat dalam Tabel 4.15.

**Tabel 4. 15 Uji Homogenitas**

F-Test Two-Sample for Variances	Variable 1	Variable 2
Mean	0,093516667	0,089292808
Variance	1,20167E-06	1,21233E-06
Observations	6	7
df	5	6
F	0,991204302	
P(F<=f) one-tail	0,506633822	
F Critical one-tail	0,202008446	
<b>kesimpulan</b>	<b>Tidak Homogen</b>	

Berdasarkan hasil dari Tabel 4.15 uji  $F > P(F \leq f)$  one-tail maka uji homogenitas disimpulkan tidak homogen. Data kedua varian yang tidak homogen dapat uji dengan uji independent sampel t-test : Two sample Assuming Unequal Variance. Hasil dari uji-t tetap Tolak  $H_0$ .

Langkah ketiga dilakukan Uji-t yang memiliki taraf signifikan (peluang kesalahan)  $\alpha = 5\%$  dan selang kepercayaan 95%, dengan demikian untuk mengambil keputusan menolak hipotesis yang benar yaitu maksimal 5%. Keputusan yang diambil jika dilihat dari  $P(T \leq t)$  two tail  $< 0,05$  maka Tolak  $H_0$  dan  $P(T \leq t)$  two tail  $> 0,05$  maka Gagal tolak  $H_0$ , dan jika dilihat dari  $t$  stat  $> t$  Critical two test maka Tolak  $H_0$  dan  $t$  stat  $< t$  Critical two test maka Gagal tolak  $H_0$ . Hasil perbandingan dua metode uji dapat dilihat dalam Tabel 4.16.

**Tabel 4. 16 Perbandingan Metode Uji-t**

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances	Variable 1	Variable 2
Mean	0,093516667	0,089292808
Variance	1,20167E-06	1,21233E-06
Observations	6	7
Hypothesized Mean Difference	0	
df	11	
t Stat	6,911666441	
P(T<=t) one-tail	1,27406E-05	
t Critical one-tail	1,795884819	
P(T<=t) two-tail	2,54812E-05	
t Critical two-tail	2,20098516	

Berdasarkan hasil Tabel 4.16 dapat dilihat nilai dari  $P(T \leq t)$  two-tail  $< 0,05$  Tolak  $H_0$  dan nilai  $t$  Stat  $> t$  Critical two-tail Tolak  $H_0$ . Kesimpulan yang didapat dari dua metode untuk uji fosfor dalam pelumas hanya bisa memakai salah satu metode saja.

## BAB V

### KESIMPULAN

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan di Balai Besar Bahan dan Barang Teknik (B4T) Bandung, dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil dari kadar fosfor dalam sampel pelumas menggunakan metode titrimetri dan metode *X-Ray Fluorescence Spectrometry* mendapatkan hasil berturut-turut 0,0893 %b/b dan 0,0931 %b/b. Hasil kedua kadar tersebut masih memenuhi baku mutu SNI-7069.1 dengan batas maksimal 0,12 %b/b.
2. Hasil uji perbandingan secara kimia dapat dilihat dari nilai %RSD pada metode titrimetri dan XRF mendapatkan hasil berturut-turut 1,66% dan 1,23%, hasil ini dikatakan baik karena  $\%RSD \leq 2\%$ ; nilai  $\%Trueness$  104,43% dan 103,17%, hasil ini dikatakan baik karena masih dalam rentang 95%-105%; nilai estimasi ketidakpastian 26% dan 17%, hasil ini dikatakan baik karena  $\leq 30\%$ . Berdasarkan hasil yang diperoleh dapat dikatakan bahwa secara signifikan kedua metode ini memenuhi syarat keberterimaannya dan dapat diterapkan secara rutin di B4T, akan tetapi metode XRF lebih unggul dari pada metode titrimetri karena nilai estimasi ketidakpastian lebih kecil serta kemungkinan terjadi kesalahan dan kontaminasi dari luar sangat minim karena tidak memerlukan preparasi sampel dan selama alat XRF terkalibrasi secara berkala. Secara uji statistika metode pengujian titrimetri dan *X-Ray Fluorescence Spectrometry* dengan uji-*t* dilihat dari perbedaan rata-rata dua variabel yang terdistribusi sama, melalui dua sampel independen dengan selang kepercayaan 95% dan nilai kesalahan 5%, sehingga dapat diasumsikan  $p\ value < 0,05$  maka  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima. Sehingga terdapat pengaruh signifikansi antara metode titrimetri dan metode XRF.

#### 5.2 Saran

Berdasarkan data hasil pengujian yang dilaksanakan di laboratorium kimia pelumas Balai Besar Bahan dan Barang Teknik, penulis menyarankan agar

dilakukan juga pengujian perbandingan metode untuk unsur Ca dan Mg yang menjadi parameter kualitas pelumas. Apabila akan melakukan modifikasi pada metode pengujian sebaiknya disesuaikan dengan standar pelumas.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anton, 1985, *Teknologi Pelumas*, Jurnal PPPTMG Lemigas. Jakarta
- Arisandi M., Darmanto & Tri Priangkoso. 2012. *Analisa Pengaruh Bahan Dasar Pelumas Terhadap Viskositas Pelumas dan Konsumsi Bahan Bakar*. Semarang. Universitas Wahid Hasyim.
- Arnoldi, Dwi. 2009. *Pemilihan Minyak Pelumas/Oli Kendaraan Bermotor*. Palembang. Politeknik Negeri Sriwijaya.
- ASTM D-4047. 2018. *Standard Test Method for Phosphorus in Lubricating Oils and Additives by Quinoline Phosphomolybdate Method*. US: ASTM Internasional. Amerika Serikat.
- BSN. 2005. *Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi, ISO/IEC 17025*. Edisi kedua, Jakarta.
- Chang, Raymond. 2005. *Kimia Dasar Jilid II edisi ketiga*. Jakarta. Erlangga.
- Darmanto. 2011. *Mengenal Pelumas Pada Mesin*, Jurnal Momentum, Vol.7, hal. 5 – 10. Semarang. Fakultas Teknik Universitas Wahid Hasyim.
- Day, Underwood. 1999. *Kimia Analisis Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga
- Effendi, Hefni. 2003. *Telaah Kualitas Air: Bagi Pengelola Sumber Daya Lingkungan Perairan*. Yogyakarta. Kanisius.
- Engelstad, O. P. 1997. *Teknologi dan Penggunaan Pupuk Edisi Ke tiga*. Yogyakarta. Gadjah Mada University Press.
- Gaspersz, V. 1998. *Manajemen Produktivitas Total*. Jakarta. Gramedia Pustaka Utama.
- Hanafiah, Kemas Ali. 2005. *Dasar-Dasar Ilmu Tanah*. Jakarta. Raja Grafindo.
- Harifan E. F., Mahrizal. dan Mufit. F. (t.t). *Analisis Komposisi Unsur Fe Terhadap Nilai Suseptibilitas Magnetik Di Kota Padang Menggunakan Metode X-Ray Fluorescence (Xrf)*. Pillar of Physic, Vol. 5, hal. 57-64
- Haryadi, W. (1990). *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Jakarta: Gramedia.
- Hidayat, A. 2013. *Uji F dan Uji T*. <https://www.statistikian.com/2013/01/uji-f-dan-uji-t.html>. diakses tanggal 5 Juli 2021.
- Hutagalung, H. 1997. *Penentuan kadar logam berat*. Metode analisis air laut, sedimen, dan Biota. Buku 2. Editor oleh Hutagalung *et al*. Pusat Penelitian dan Pengembangan Oseanologi. Jakarta. Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.
- Jamaluddin, A. 2007. *Penggunaan Sinar-X untuk Analisa Sampel*. <http://anifjamaluddin.blogspot.com/2007/06/Penggunaan-Sinar-X-untuk-AnalisSampel.html>. Diakses tanggal 20 Oktober 2021.

- Kenkel John. (2003). *Analytical Chemistry for Technicians*. Washington, Lewis Publishers.
- Maimuzar, Oong Hanwar, 2005. *Pengaruh Pencampuran Oli Treatment Dengan Minyak Pelumas Mesin Terhadap Konsumsi Bahan Bakar Pada Motor Bensin*, Jurusan Teknik Mesin. Politeknik Unand.
- Mujiman. 2011. *Pengukuran nilai viskositas oli MESRAN SAE10-SAE50 untuk pendingin transformator distribusi dengan penampil LCD*. Jurnal Teknologi Technoscientia. 4(1). 1979-8415.
- Nisa, Nurun. 2018. *Analisa Kadar Fosfor (P) pada Tanah Mineral dengan Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis di Pusat Penelitian Kelapa Sawit (PPKS) Medan. Laporan Tugas Akhir*. FMIPA. Medan. Universitas Sumatera Utara (USU).
- Nugrahani, R.A. 2007. *Perancangan Proses Pembuatan Pelumas Dasar Sintesis Dari Minyak Jarak Pagar (Jatropha curcas L) melalui Modifikasi Kimiawi*. Disertasi Program Doktor. Institut Pertanian Bogor.
- Nugroho, A. 2005. *Ensiklopedi Otomotif*. Jakarta. Gramedia Pustaka Utama.
- Nurdianingrum, A. 2011. *Analisis-Titrimetri*. <http://anitanurdianingrum.blogspot.com/2011/01analisis-titrimetri.html>. Diakses pada 25 Agustus 2021.
- Padmaningrum, R. T. 2006. *Titration Asidimetri*. Jurdik kimia. UNY.
- Rachman, A. 2013. *Analisis Logam Dalam Minyak Pelumas Menggunakan X-Ray Kerja Fluorescence, Laporan Praktek Lapangan*. FMIPA. Samarinda: Universitas Mulawarman.
- Raharjo Nugroho, Stefan & Hasto Sunarto. 2012. *Identifikasi Fisis Viskositas Oli Mesin Kendaraan Bermotor Terhadap Fungsi Suhu Dengan Menggunakan Laser Helium Neon*. Surabaya. ITS.
- Ripani. 2009. *Pengantar Kimia Asam-Basa*. Jakarta. Erlangga.
- Riyanto. 2014. *Validasi & Verifikasi Metode Uji*. Yogyakarta. Deepublish.
- Rohman, Abdul. 2014. *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*. Yogyakarta. Gadjah Mada University Press.
- Saksono, N. 2002. *Analisis Iodat dalam Bumbu Dapur Metode Iodometri dan X-Ray Florescence*. Depok: Universitas Indonesia. Volume 6 No.3.
- Sastrawijaya. 1991. *Pencemaran Lingkungan*. Bandung. Rineka cipta.
- Setiabudi, A., Hardian, R. dan Mudzakir, A. 2012. *Karakteristik Material*. Bandung. Upi Press.
- Siskayanti, Rini. 2015. *Perbandingan Kinerja Pelumas Motor Skutik Mineral dan Sintetis Pada Uji Jalan Sampai 6000 KM*. Jakarta. UMJ.

- SNI. 2012. *SNI-7069.1 Minyak Lumas Motor Bensin 4 (empat) Langkah Kendaraan Bermotor*. Jakarta. Badan Standarisasi Nasional.
- Solovyov, Leonid. 2009. *X-Ray Fluorescence Spectrometry*. PANalytical B. V.
- Sukirno. 1998. *Pelumas dan Teknologi Pelumas*. Depertemen Teknik Kimia. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia.
- Underwood. 2001. *Analisis Kimia Kuantitas*. Jakarta. Erlangga.
- Viklund, A. 2008. *Teknik Pemeriksaan Material Menggunakan XRF, XRD, dan SEM-EDS*. <http://labinfo.wordpress.com/> diakses pada tanggal 10 Oktober 2021.
- Vogel. 1979. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro Dan Semimikro*. Edisi V. Jakarta. PT Kalman Media Pusaka.
- Wibowo, Aris Setiawan Budi. 2016. *Kajian Tentang Pengaruh Penggunaan Beberapa Jenis Minyak Pelumas Terhadap Kinerja Motor Empat Langkah 150*. Yogyakarta. Universitas Muhammadiyah Yogyakarta.

## **LAMPIRAN**



## LAMPIRAN 1

### ANALISIS DATA METODE TITRIMETRI

#### 1) Standardisasi NaOH 0,1 M

##### a. Data pengamatan

Larutan	V titrasi (mL)	m KHC <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub> (g)	Perubahan warna
Standardisasi 1	10,8	0,2042	Tidak berwarna → merah muda
Standardisasi 2	10,6	0,2044	Tidak berwarna → merah muda
Rata-Rata	10,7	0,2043	

##### b. Penentuan konsentrasi NaOH 0,1 M

**Diketahui:** massa KHP = 0,2042 g dan 0,2044 g

P KHP = 1

Mr KHP = 204,22 g/mol<sup>-1</sup>

V titrasi = 10,8 mL dan 10,6 mL

**Ditanya:** M NaOH

Jawab : 
$$M NaOH = \frac{1000 \times m_{KHP} \times P_{KHP}}{Mr_{KHP} \times V}$$

$$M NaOH 1 = \frac{1000 \times 0,2042 \text{ g} \times 1}{204,22 \text{ g/mol} - 1 \times 10,8 \text{ mL}}$$
$$= 0,0926 \text{ mol/L}$$

$$M NaOH 2 = \frac{1000 \times 0,2044 \text{ g} \times 1}{204,22 \text{ g/mol} - 1 \times 10,6 \text{ mL}}$$
$$= 0,0944 \text{ mol/L}$$

#### 2) Standardisasi HCl 0,1 M

##### a. Data pengamatan

Larutan	V analit (mL)	V titrasi (mL)	Perubahan warna
Standardisasi 1	10,00	11,70	Tidak berwarna → merah muda
Standardisasi 2	10,00	11,65	Tidak berwarna → merah muda
Rata-rata	10,00	11,68	

**b. Penentuan konsentrasi HCl 0,1 M**

<b>Diketahui:</b> Konsentrasi NaOH	= 0,1 M
Volume NaOH	= 10 mL
Volume titrasi 1	= 11,70 mL
Volume titrasi 2	= 11,65 mL

Ditanya: konsentrasi HCl

Jawab : Konsentrasi HCl 1

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$M_1 \times 10 \text{ mL} = 0,1 \text{ M} \times 11,70 \text{ mL}$$

$$M_1 = 0,1170 \text{ M}$$

Konsentrasi HCl 2

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$M_1 \times 10 \text{ mL} = 0,1 \text{ M} \times 11,65 \text{ mL}$$

$$M_1 = 0,1165 \text{ M}$$

**3) Penentuan Kadar Fosfor**

**a. Rumus penentuan kadar fosfor**

$$\% \text{ fosfor } \left( \frac{b}{b} \right) = \frac{[(V_1 - V_2) - (5 - V_3)] \times 0,01191}{W}$$

Keterangan:

V1: Volume titrasi NaOH 0,1 M (mL)

V2: Volume titrasi HCl 0,1 M (mL)

V3: Volume blanko (mL)

W: massa sampel (g)

**b. Data pengamatan dan hasil analisis data**

Replikasi	V1 NaOH (mL)	V2 HCL (mL)	V3 blanko (mL)	Massa sampel (g)	%Fospor (b/b)
1	10,90	33,90		3,0000	0,0873
2	11,00	34,80		3,0000	0,0905
3	10,70	34,30		3,0004	0,0897
4	11,25	34,50	6	3,0001	0,0883
5	11,30	34,80		3,0003	0,0893
6	11,50	35,20		3,0001	0,0901
7	12,00	35,60		3,0000	0,0897
Kosentrasi Rata-Rata					0,0893

$$\%fosfor \left(\frac{b}{b}\right) = \frac{[(V1-V2)-(5-V3)] \times 0,01191}{w}$$

$$1 = \frac{[(10,9-33,9)-(5-6)] \times 0,01191}{3} = 0,0873 \% \text{ b/b}$$

$$2 = \frac{[(11-34,8)-(5-6)] \times 0,01191}{3} = 0,0905 \% \text{ b/b}$$

$$3 = \frac{[(10,7-34,3)-(5-6)] \times 0,01191}{3,0004} = 0,0897 \% \text{ b/b}$$

$$4 = \frac{[(11,25-34,5)-(5-6)] \times 0,01191}{3,0001} = 0,0883 \% \text{ b/b}$$

$$5 = \frac{[(11,3-34,8)-(5-6)] \times 0,01191}{3,0003} = 0,0893 \% \text{ b/b}$$

$$6 = \frac{[(11,5-35,2)-(5-6)] \times 0,01191}{3,0003} = 0,0901 \% \text{ b/b}$$

$$7 = \frac{[(12-35,6)-(5-6)] \times 0,01191}{3} = 0,0897 \% \text{ b/b}$$

**4) Penentua presisi**

**a. Rumus penentuan presisi**

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{n-1}}$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad \dots(5)$$

Keterangan :

X = konsentrasi sampel;

$\bar{X}$  = konsentrasi sampel rata-rata; dan

SD = simpangan baku.

**b. Data pengamatan dan hasil analisis data**

Replikasi	Konsentrasi (X)
Sampel 1	0,0873
Sampel 2	0,0905
Sampel 3	0,0897
Sampel 4	0,0883
Sampel 5	0,0893
Sampel 6	0,0901
Sampel 7	0,0897
Xbar	0,0893
Jumlah (X-Xbar) <sup>2</sup>	7,3E-06
SD	0,0011
%RSD	1,23

**5) Penentuan akurasi**

**a. Rumus akurasi**

$$\%Trueness = \frac{\text{konsentrasi yang diperoleh}}{\text{konsentrasi pada sertifikat}} \times 100$$

**b. Data pengamatan dan hasil pengamatan**

Konsentrasi Asli UP (%massa)	Konsentrasi yang dicari (%massa)	Akurasi (%Trueness)	Akurasi Rata-rata (%Trueness)
0,0790	0,0830	105,06	104,43
0,0790	0,0820	103,80	

**6) Estimasi ketidakpastian**

**a. Rumus estimasi ketidakpastian**

$$\text{Ketidakpastian Gabungan } (\mu C) = C \times \sqrt{\Sigma\left(\frac{\mu x}{x}\right)^2 + \Sigma\left(\frac{\mu x}{x}\right)^2 + \Sigma\left(\frac{\mu x}{x}\right)^2 + \dots}$$

$$\text{Ketidakpastian Diperluas } (\mu U) = 2 \times \mu C$$

**b. Data pengamatan dan hasil pengamatan**

**Ketidakpastian preparasi sampel**

Ketidakpastian Pengukuran asal	nilai (x)	satuan	$\mu$ (x)	$\mu$ (x) / (x)	$(\mu$ (x) / (x)) <sup>2</sup>
Presisi Massa	3,0001	g	0,0001	2,0x10 <sup>-5</sup>	4,1x10 <sup>-10</sup>
Pipet Molibdat	30	mL	0,0187	0,0006	3,9x10 <sup>-7</sup>
Pipet HCl	30	mL	0,0187	0,0006	3,9x10 <sup>-7</sup>
Gelas ukur Air	150	mL	0,1576	0,0011	1,1x10 <sup>-6</sup>
	Jumlah				1,9x10 <sup>-6</sup>
	Cs				3,0001
	$\mu$ c				0,0041
	$\mu$ U				0,0082

### Ketidakpastian titrasi NaOH

Ketidakpastian Pengukuran asal	nilai (x)	satuan	$\mu (x)$	$\mu (x) / (x)$	$(\mu (x) / (x))^2$
V titrasi	10,7	mL	0,0155	0,0015	2,1E-06
V sampel	10	mL	0,1755	0,0175	0,0003
Repeability titrasi	11,24	mL	0,1718	0,0153	0,0002
Repeability v standar	10,7	%	1,3217	0,1235	0,0153
m KHP	0,2043	g	0,0001	0,0006	3,6E-07
P KHP	1		0,0003	0,0003	8,3E-08
Mr KHP	204,2212	g/mol-1	0,0038	1,8E-05	3,4E-10
V Standardisasi	10,7	mL	0,0149	0,0014	1,9E-06
jumlah					0,0158
Cs					11,24
$\mu c$					1,4129
$\mu U$					2,8257

### Ketidakpastian titrasi HCl

Ketidakpastian Pengukuran asal	nilai (x)	satuan	$\mu (x)$	$\mu (x) / (x)$	$(\mu (x) / (x))^2$
Volume titrasi	34,73	mL	0,0326	0,0009	8,8E-07
Konsentrasi NaOH	0,0935	M	$1,0 \times 10^{-5}$	0,0001	1,1E-08
Volume NaOH	10	mL	0,0029	0,0003	8,3E-08
Volume HCl	11,68	mL	0,0118	0,0010	1,0E-06
Repeability Volume Standadisasi	11,68	mL	0,3028	0,0259	0,0007
Repeability Volume Titrasi	34,73	mL	0,6147	0,0177	0,0003
Jumlah					0,0010
Konsentrasi sampel (mL)					34,73
Ketidakpastian gabungan (mL)					1,0914
Ketidakpastian diperluas (mL)					2,1827

### Ketidakpastian titrasi blangko

Ketidakpastian Pengukuran asal	nilai (x)	satuan	$\mu (x)$	$\mu (x) / (x)$	$(\mu (x) / (x))^2$
Volume titrasi	6,00	mL	0,0133	0,0022	4,9E-06
Konsentrasi NaOH	0,0935	M	$1 \times 10^{-5}$	0,0001	1,1E-08
Volume NaOH	5	mL	0,0130	0,0026	6,7E-06
Volume HCl	10	mL	0,0122	0,0012	1,5E-06
Jumlah					1,3E-05
Konsentrasi sampel (mL)					6,00
Ketidakpastian gabungan (mL)					0,0217
Ketidakpastian diperluas (mL)					0,0435

### Ketidakpastian Gabungan

Ketidakpastian Pengukuran asal	nilai (x)	satuan	$\mu$ (x)	$\mu$ (x) / (x)	$(\mu$ (x) / (x)) <sup>2</sup>
Repeability kadar P	0,0893	% massa	0,0004	0,0047	2,2E-05
Ar P	30,9738	g/mol-1	1,4E-15	4,5E-17	2,0E-33
Akurasi	104,43	%	0,8571	0,0082	6,7E-05
Preparasi sampel	3,0001	g	0,0041	0,0014	1,9E-06
Titration HCl	34,73	mL	1,0914	0,0314	0,0010
Titration NaOH	11,24	mL	1,4125	0,1257	0,0158
Titration Blangko	6	mL	0,0217	0,0036	1,31E-05
Jumlah					0,0169
Konsentrasi sampel (gram)					0,0893
Ketidakpastian gabungan (gram)					0,0116
Ketidakpastian diperluas (gram)					0,0232

## LAMPIRAN 2

### ANALISIS DATA METODE *X-Ray Floerescence Spectrometry*

#### 1) Penentuan kadar fosfor

##### a. Data kadar fosfor

Replikasi	Kadar fosfor (%massa b/b)
Sampel 1	0,0904
Sampel 2	0,0923
Sampel 3	0,0952
Sampel 4	0,0925
Sampel 5	0,0933
Sampel 6	0,0943
Sampel 7	0,0935
Rata-rata	0,0931

#### 2) Penentuan presisi

##### a. Rumus penentuan presisi

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{n-1}}$$
$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad \dots(5)$$

Keterangan :

X = konsentrasi sampel;

$\bar{X}$  = konsentrasi sampel rata-rata; dan

SD = simpangan baku.

##### b. Data pengamatan dan hasil pengamatan

Replikasi	Konsentrasi (X)
Sampel 1	0,0904
Sampel 2	0,0923
Sampel 3	0,0952
Sampel 4	0,0925
Sampel 5	0,0933
Sampel 6	0,0943
Sampel 7	0,0935
Xbar	0,0931
Jumlah (X-Xbar) <sup>2</sup>	1,4E-05
SD	0,0015
%RSD	1,66

### 3) Penentuan akurasi

#### a. Rumus akurasi

$$\%Trueness = \frac{\text{konsentrasi yang diperoleh}}{\text{konsentrasi pada sertifikat}} \times 100$$

#### b. Data pengamatan dan hasil pengamatan

Konsentrasi Asli CRM (% massa)	Konsentrasi Terbaca (% massa)	Akurasi (%trueness)	Akurasi Rata-rata (%Trueness)
0,2001	0,2060	102,95	103,17
0,2001	0,2069	103,40	

### 4) Estimasi ketidakpastian

#### a. Rumus estimasi ketidakpastian

$$\text{Ketidakpastian Gabungan } (\mu C) = C \times \sqrt{\sum \left(\frac{\mu x}{x}\right)^2}$$

$$\text{Ketidakpastian Diperluas } (\mu U) = 2 \times \mu C$$

#### b. Data pengamatan dan hasil pengamatan

Ketidakpastian Pengukuran asal	nilai (x)	satuan	$\mu (x)$	$\mu (x) / (x)$	$(\mu (x) / (x))^2$
Standar	0,2001	% massa	0,0173	0,0866	0,0075
Presisi	0,0931	%	0,0006	0,0063	3,9E-05
Akurasi	103,17	%	0,3083	0,0030	8,9E-06
Jumlah					0,0075
Konsentrasi sampel (% massa)					0,0931
Ketidakpastian gabungan (% massa)					0,0081
Ketidakpastian diperluas (% massa)					0,0162



### LAMPIRAN 3

#### HASIL PERBANDINGAN DENGAN UJI STATISTIK

##### 1) HASIL UJI HOMOGENITAS

F-Test Two-Sample for Variances	Variable 1	Variable 2
Mean	0,093516667	0,089292808
Variance	1,20167E-06	1,21233E-06
Observations	6	7
Df	5	6
F	0,991204302	
P(F<=f) one-tail	0,506633822	
F Critical one-tail	0,202008446	
kesimpulan	Homogen	

##### 2) HASIL UJI-t

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances	Variable 1	Variable 2
Mean	0,093516667	0,089292808
Variance	1,20167E-06	1,21233E-06
Observations	6	7
Hypothesized Mean Difference	0	
Df	11	
t Stat	6,911666441	
P(T<=t) one-tail	1,27406E-05	
t Critical one-tail	1,795884819	
P(T<=t) two-tail	2,54812E-05	
t Critical two-tail	2,20098516	

## LAMPIRAN 4

### DOKUMENTASI PRAKTIK KERJA LAPANGAN

#### 1) Sampel dipanaskan



#### 2) Sampel setelah penambahan larutan



#### 3) Sampel setelah dititrasi



**4) Instrumen alat WDXRF Supermini200**



**5) Wadah sampel**



## OLAH DATA UJI PROFISIENSI FOSFOR

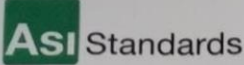
Lampiran C.10.2

### HASIL OLAH DATA DENGAN METODE ISO 13528 KANDUNGAN NON-METAL PHOSFOR (P)

Robust Average ( $\bar{x}$ baru)	0.074	Assigned value ( $x^*$ )	0.0750
Robust SD ( $s^*$ baru)	0.004	SDPA (SDH)	0.0044
Jumlah Peserta (p)	25	Uncertainty ( $U_x$ )	0.0011

Kode Lab.	Data (Xi)	(Xi-X*baru)	Data Modifikasi	Z-Score	Kinerja
31	0.0694	0.0046	0.0694	-1.27	
33	0.0694	0.00457	0.0694	-1.25	
13	0.0696	0.0044	0.0696	-1.21	
39	0.0710	0.003	0.071	-0.90	
3	0.0711	0.0029	0.071	-0.87	
27	0.0713	0.0027	0.071	-0.83	
4	0.0720	0.002	0.072	-0.67	
25	0.0723	0.0017	0.072	-0.60	
22	0.0725	0.0015	0.073	-0.56	
28	0.0730	0.001	0.073	-0.45	
9	0.0735	0.0005	0.074	-0.33	
41	0.0739	0.0001	0.074	-0.24	
26	0.0740	0	0.074	-0.22	
42	0.0750	0.001	0.075	0.01	
18	0.0757	0.0017	0.076	0.16	
36	0.0757	0.0017	0.076	0.16	
10	0.0776	0.0036	0.078	0.59	
14	0.0783	0.0043	0.078	0.75	
23	0.0783	0.0043	0.078	0.75	
32	0.0786	0.0046	0.079	0.82	
16	0.0789	0.0049	0.079	0.89	
8	0.0800	0.006	0.080	1.14	
20	0.0800	0.006	0.080	1.14	
17	0.0827	0.0087	0.082	1.75	
15	0.0875	0.0135	0.082	2.83	\$

**SERTIFIKAT BAHAN CRM (*Certified Reference Material*)**



## Certificate of Analysis

**Expiration Date:**  
September 16, 2021

---

**Elements in Lubricating Oil  
Calibration Standards**

**Expiration Date:**  
September 16, 2021

**Product Code:**  
LOE17

**Lot Number:**  
091319HC

Standard Number	Lot No.	Calcium wt %	Oxygen * wt %	Phosphorus wt %	Sulfur wt %	Zinc wt %
1	091319HC-1	0.6000	0.7152	0.0050	0.1751	0.0600
2	091319HC-2	0.5000	0.7214	0.2000	0.0501	0.0800
3	091319HC-3	0.4000	0.7204	0.1424	0.3054	0.1800
4	091319HC-4	0.2600	0.7500	0.2502	0.1501	0.1202
5	091319HC-5	0.0050	0.8085	0.0050	0.4501	0.0700
6	091319HC-6	0.4000	0.7403	0.0250	0.3500	0.1001
7	091319HC-7	0.3000	0.7559	0.0600	0.2502	0.1203
8	091319HC-8	0.2000	0.7652	0.1001	0.4502	0.1000
9	091319HC-9	0.0600	0.7933	0.0800	0.3003	0.1301
10	091319HC-10	0.0600	0.8109	0.0500	0.2002	0.0505
11	091319HC-11	0.0500	0.8069	0.1206	0.1001	0.0751
12	091319HC-12	0.0251	0.7971	0.1501	0.2003	0.1301
13	091319HC-13	0.0050	0.7858	0.2001	0.4001	0.1500
14	091319HC-14	0.1700	0.7520	0.2500	0.5504	0.1101
15	091319HC-15	0.1000	0.7785	0.1001	0.2001	0.2001
16	091319HC-16	0.0101	0.7800	0.0103	0.6015	0.2500
17	091319HC-17	0.0000	0.8407	0.0000	0.0000	0.0000

**Standard deviation (2-Sigma):**  
3.0% (Relative)

Approximate Matrix Viscosity @ 40°C  
25 cSt

**Density @ 20°C:**  
0.8535 g/mL

These standards were verified by x-ray fluorescence spectrometry, (XRF).


\* Reference value based on gravimetric preparation for X-ray or other analysis.

ASI Standards

*Vishal Patel*

---

Vishal Patel  
Quality Control Mgr



Page 1 of 2