

**LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN**  
**VALIDASI METODE PENENTUAN NILAI KALORI BATU**  
**BARA MENGGUNAKAN BOM KALORIMETER DI BALAI**  
**PENGUJIAN DAN IDENTIFIKASI BARANG TIPE A**  
**JAKARTA**

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



**Disusun oleh:**

**Anisa Cahyani Aprilia**  
**NIM: 15231074**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA**  
**YOGYAKARTA**  
**2018**

**LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN**

**VALIDASI METODE PENENTUAN NILAI KALORI BATU  
BARA MENGGUNAKAN BOM KALORIMETER DI BALAI  
PENGUJIAN DAN IDENTIFIKASI BARANG TIPE A  
JAKARTA**

**METHOD VALIDATION OF THE CALORIFIC VALUE ON  
COAL USING A BOMB CALORIMETER AT BALAI  
PENGUJIAN DAN IDENTIFIKASI BARANG TIPE A  
JAKARTA**



**Disusun oleh:**

**Anisa Cahyani Aprilia  
NIM: 15231074**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
YOGYAKARTA  
2018**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN**

**VALIDASI METODE PENENTUAN NILAI KALORI BATU  
BARA MENGGUNAKAN BOM KALORIMETER DI BALAI  
PENGUJIAN DAN IDENTIFIKASI BARANG TIPE A  
JAKARTA**



Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Anisa Cahyani Aprilia**

**NIM: 15231074**

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 28 Mei 2018

**Menyetujui,**

 <p><b>Ketua Program Studi</b> <b>Thorikul Huda, S.Si., M.Sc.</b> <b>NIK. 052316003</b></p>	<p><b>Pembimbing</b></p>  <p><b>Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc.</b> <b>NIK. 052316004</b></p>
--	--

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN**

**VALIDASI METODE PENENTUAN NILAI KALORI BATU  
BARA MENGGUNAKAN BOM KALORIMETER DI BALAI  
PENGUJIAN DAN IDENTIFIKASI BARANG TIPE A  
JAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Anisa Cahyani Aprilia**  
**NIM: 15231074**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 28 Mei 2018

**Susunan Tim Penguji**

**Pembimbing/Penguji**




**Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc.**  
**NIK. 052316004**

**Penguji I**



**Bayu Wiyantoko, M.Sc.**  
**NIK. 0527048401**

**Penguji II**



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

**Mengetahui,**

**Dekan Fakultas MIPA UII**



**Drs. Allwar, M.Sc., Ph.D.**  
**NIK. 966120101**

## PERNYATAAN

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

Yogyakarta, 28 Mei 2018



Anisa Cahyani Aprilia

## **MOTTO**

**Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman diantara kamu dan orang-orang yang berilmu pengetahuan beberapa derajat. Dan Allah Maha mengetahui apa yang kamu kerjakan (Al-Mujadillah:11)**

**Barang siapa yang bersungguh-sungguh, sesungguhnya kesungguhan tersebut untuk kebaikan dirinya sendiri**

**(Al-Ankabut:6)**

**JANGAN BERHENTI BERJUANG SEBELUM ALLAH MENYURUH MU  
PULANG**

## HALAMAN PERSEMBAHAN

### ***Bismillahirrahmanirrahim***

Dengan Rahmat Allah yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang yang telah memberikanku kekuatan, membekaliku dengan ilmu dan memperkenalkanku dengan cinta. Kesabaran dan keikhlasan adalah kata yang mudah diucapkan namun sulit untuk diamalkan.

Terimakasih Tuhan atas semua karunia dan kemudahan yang diberikan kepada hamba-Mu ini, dan ampunilah hambamu ini yang kurang bersyukur atas semua rahmat-Mu, namun segala pujian dan senandung keangungan tidak akan pernah lupa kulantunkan untuk-Mu. Sholawat dan salam selalu terlimpahkan pada Nabi besar Rasulullah Muhammad SAW.

### **Teristimewa Ayah dan Ibu Tercinta**

Kupersembahkan karya sederhana ini sebagai tanda bakti, hormat dan rasa terima kasih yang tiada terhingga kepada Ibu dan Ayah yang telah memberikan segala dukungan, bimbingan dan kasih sayang yang tiada terhingga selama ini sehingga putrimu bisa menyelesaikan *study* dengan baik. Semoga hasil dari perjuangan putrimu selama ini dapat berbuah hasil yang manis. Semoga ini menjadi langkah awal untuk membuat Ayah dan Ibu bahagia. Terimakasih untuk setiap motivasi, doa, nasehat dan kasih sayang untuk putrimu ini. Layaknya matahari, yang selalu memberikan cahaya di setiap hari ku.

### **Untuk Kakak-kakakku Tersayang**

Terima kasih kepada kakak-kakakku yang selalu mengajarkanku di kala aku mengalami kesulitan. Hari yang paling kurindukan adalah saat berkumpul bersama kalian walaupun sering bertengkar tapi hal itu selalu menjadi warna dalam hidupku dan tak akan pernah tergantikan. Terima kasih atas doa dan kasih sayang kalian selama ini, hanya karya sederhana ini yang dapat ku persembahkan. Maaf belum bisa menjadi apa yang kalian harapkan, tapi aku akan selalu berusaha menjadi yang terbaik untuk kalian.

### **Sahabat dan Teman Seperjuangan**

Tak terasa kita telah melalui lika-liku perjalanan untuk mencapai semua ini. Pengorbanan kita selama ini yang dipenuhi dengan canda, tawa, haru dan sedih layaknya keluarga. Tanpa ada kalian mungkin tak akan ada hari ini, perkuliahan selama 3 tahun ini sangatlah berkesan dan penuh makna karena adanya kalian. Terimakasih sudah selalu memberikan dukungan dan dorongan untuk tetap kuat ketika hati dan pikiran tak sejalan. Terimakasih atas kebersamaan yang kalian berikan selama ini dan akan selalu menjadi rindu untukku.

### **Untuk para Dosen Analis Kimia, Dosen Pembimbing dan Almaterku yang Kusayangi dan Kuhormati .**

Terimakasih atas segala ilmu dan pengalaman yang telah diberikan selama ini. Ilmu yang bukan hanya tentang dunia tetapi juga akhirat. Banyak hikmah dan manfaat yang dapat saya ambil dari pembelajaran yang telah diberikan. Terimakasih atas kesabaran dan dedikasi yang sedemikian besar dalam dunia pendidikan, khususnya di Program Studi Analis Kimia.

## KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

Dengan nama Allah yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang. Alhamdulillah, puji dan syukur dipanjatkan atas kehadiran Allah SWT atas rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Praktik Kerja Lapangan yang berjudul Validasi Metode Penentuan Nilai Kalori Batu Bara Menggunakan Bom Kalorimeter Di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta.

Laporan ini berisi tentang validasi metode penentuan nilai kalori batu bara menggunakan bom kalorimeter dengan parameter validasi yaitu presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian pengukuran. Laporan dibuat sebagai syarat untuk mengikuti ujian akhir Program Studi Diploma III Analisis Kimia, ditulis sebagai hasil Praktik Kerja Lapangan yang dilaksanakan pada bulan Februari hingga Maret 2017 di Laboratorium Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta. Perkenankan penulis memberikan ucapan terima kasih dan penghargaan kepada:

1. Bapak Drs. Allwar, M.Sc., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.
2. Bapak Thorikul Huda, S.Si., M.Sc., selaku Ketua Prodi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.
3. Ibu Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc., selaku Pembimbing I yang telah memberikan bimbingan serta saran dalam tata cara penulisan laporan Praktik Kerja Lapangan.
4. Bapak Eka Sapta Nugraha, ST., selaku Kepala Seksi Program dan Evaluasi atas bimbingan yang diberikan selama PKL di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta.
5. Ibu Christinauly Hasibuan, S.Farm., Apt selaku pembimbing Instansi atas saran dan arahan yang telah diberikan selama PKL serta dalam penyusunan laporan ini.



6. Seluruh analisis Komoditi I, Komoditi II, Komoditi III, Komoditi IV, serta staff di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta khususnya staff Program dan Evaluasi.

Semoga Allah SWT memberikan balasan yang berlimpah kepada semuanya. Sekiranya laporan yang telah disusun ini dapat bermanfaat bagi saya sendiri maupun orang lain. Sebelumnya saya memohon maaf apabila terdapat kata-kata yang kurang berkenan dalam laporan ini, kritik dan saran sangat penulis butuhkan demi perbaikan untuk kedepannya. Akhir kata penulis berharap semoga laporan ini bermanfaat dalam menambah wawasan dan ilmu pengetahuan bagi pembacanya.

*Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh.*

Yogyakarta, 28 Mei 2018

Penyusun

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN .....	..ii
HALAMAN PERNYATAAN .....	..iv
MOTTO .....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	vi
KATA PENGANTAR .....	vii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL .....	xii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiii
INTISARI .....	xiv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Tujuan .....	3
1.4 Manfaat .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Profil Instansi .....	5
2.2 Batu Bara .....	7
2.3 Bom Kalorimeter .....	10
2.4 Validasi Metode .....	12
2.5 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran .....	17
2.5.1 Tahapan pengolahan data estimasi ketidakpastian .....	19
2.5.1.1 Diagram tulang ikan .....	19
2.5.1.2 Ketidakpastian baku .....	20
2.5.1.3 Ketidakpastian gabungan .....	20
2.5.1.4 Ketidakpastian diperluas .....	21
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1 Alat .....	22

3.2 Bahan .....	22
3.3 Prosedur Kerja .....	22
3.3.1 Preparasi contoh uji .....	22
3.3.2 Pengukuran standar .....	22
3.3.3 Pengukuran contoh uji .....	22
3.3.4 Penentuan presisi .....	23
3.3.5 Penentuan akurasi .....	23
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Penentuan Nilai Kalori Batu Bara dengan Bom Kalorimeter .....	24
4.2 Penentuan Presisi .....	24
4.3 Penentuan Akurasi.....	28
4.4 Penentuan Estimasi Ketidakpastian .....	29
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan .....	33
5.2 Saran .....	33
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>34</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>37</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skema rinci perangkat bom kalorimeter .....	11
Gambar 4.1 <i>Control chart</i> penentuan nilai kalori batu bara .....	25
Gambar 4.2 Diagram tulang ikan .....	29
Gambar 4.3 Diagram kontribusi penyumbang ketidakpastian .....	32

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Spesifikasi ASTM untuk bahan bakar padat.....	9
Tabel 2.2 Rentang perolehan kembali analit dalam beberapa konsentrasi .....	15
Tabel 4.1 Nilai kalori dalam sampel batu bara .....	24
Tabel 4.2 Hasil presisi untuk <i>repeatability</i> .....	26
Tabel 4.3 Hasil presisi untuk <i>reproducibility</i> .....	27
Tabel 4.4 Hasil penentuan akurasi .....	28
Tabel 4.5 Ketidakpastian baku dan ketidakpastian gabungan .....	30

## **DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran 1. Pengujian Nilai Kalori Batu Bara .....	38
Lampiran 2. Perhitungan Hasil Akurasi .....	39
Lampiran 3. Perhitungan Hasil Presisi .....	40
Lampiran 4. Perhitungan Penentuan Estimasi Ketidakpastian .....	42
Lampiran 5. Daftar Sertifikat Kalibrasi Alat dan Bahan .....	44

# VALIDASI METODE PENENTUAN NILAI KALORI BATU BARA MENGUNAKAN BOM KALORIMETER DI BALAI PENGUJIAN DAN IDENTIFIKASI BARANG TIPE A JAKARTA

Anisa Cahyani Aprilia  
15231074

Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia  
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta  
Email : [anisacahyaniaprilia04@gmail.com](mailto:anisacahyaniaprilia04@gmail.com)

## INTISARI

Telah dilakukan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta untuk menentukan unjuk kerja dan ketidakpastian validasi metode penentuan nilai kalori batu bara menggunakan instrumen bom kalorimeter. Hasil yang diperoleh dibandingkan dengan syarat keberterimaan yang ditetapkan oleh Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta, sehingga dapat digunakan di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta. Metode ini dilakukan dalam empat tahap yaitu preparasi, pengujian, validasi serta pengolahan data. Tahap preparasi dilakukan pengeringan sampel menggunakan oven pada suhu 105°C selama 1 jam. Tahap pengujian dan validasi dilakukan pengukuran standar asam benzoat dan sampel berupa batu bara hasil uji profisiensi Komite Akreditasi Nasional Nomor XX tahun 2017 dengan parameter presisi (*repeatability*) dan reproduibilitas, akurasi (*%recovery*) dan ketidakpastian pengukuran. Hasil yang diperoleh pada tahap pengolahan data kemudian dibandingkan dengan syarat keberterimaan yang ditetapkan oleh Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta. Hasil validasi pengujian diperoleh nilai *repeatability* diperoleh persentase *relative standard deviation* sebesar 0,1507% dan nilai reproduibilitas sebesar 51,72. Nilai akurasi sebagai persentase *recovery* diperoleh sebesar 97,11% dan nilai estimasi ketidakpastian pengukuran diperoleh  $8.103,36 \pm 11,02$  kal/g. Berdasarkan hasil percobaan dapat disimpulkan bahwa metode validasi yang dilakukan menggunakan instrumen bom kalorimeter untuk pengujian batu bara hasil uji profisiensi Komite Akreditasi Nasional Nomor XX tahun 2017 dengan nilai kalori 8.344,12 kal/g telah valid sehingga dapat digunakan sebagai metode analisis rutin di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta.

Kata kunci: *batu bara, bom kalorimeter, validasi*

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Batu bara adalah salah satu bahan bakar fosil yang berupa batuan sedimen yang dapat terbakar, terbentuk dari suatu endapan organik dari sisa-sisa tumbuhan yang terbentuk melalui proses pematubaraan. Unsur-unsur utamanya terdiri dari karbon, hidrogen dan oksigen (Apyaleva dkk, 2016). Tingkat pembentukan batu bara ditentukan oleh tekanan, panas dan waktu. Batu bara umumnya terdiri dari antrasit, bituminus, subbituminus, lignit, gambut, disamping itu batuan organik yang memiliki sifat-sifat fisika dan kimia yang kompleks dan dapat ditemui dalam berbagai bentuk. Pembentukan batu bara tersebut memerlukan kondisi-kondisi tertentu dan hanya terjadi pada masa tertentu sepanjang sejarah geologi.

Batu bara memiliki jenis yang berbeda-beda dengan nilai kalori yang berbeda pula. Klasifikasi jenis batu bara diurutkan berdasarkan sifat pembakarannya, menjadi antrasit, bitumen, subbitumin, dan lignit. Setiap jenis memiliki subbagian lagi. Antrasit merupakan bahan bakar rumah tangga yang sangat berguna, hal ini dikarenakan pembakarannya besar, akan tetapi cadangannya sudah mulai habis. Batu bara bitumen terutama yang digunakan dalam pembakaran yang menghasilkan energi atau karbonisasi untuk pembuatan kokas, ter, bahan kimia batu bara, dan gas pabrik kokas (Austin, 1996).

Pemanfaatan batu bara sangat luas dimana di Indonesia ditujukan untuk pembangkit listrik dan pabrik semen sebagai bahan bakar. Batu bara selain menjadi bahan bakar, dapat juga digunakan sebagai reduktor pada proses peleburan timah, industri fero-nikel, industri besi dan baja, sebagai bahan pemurnian pada industri kimia (dalam bentuk karbon aktif), sebagai bahan pembuatan kalsium karbida (dalam bentuk kokas atau semikokas) (Sukandarrumidi, 2006). Pemanfaatan yang sangat luas ini membuat batu bara perlu dilakukan analisis yang bertujuan untuk menjaga kepercayaan para konsumen serta nantinya batu bara yang dipasarkan tersebut merupakan batu bara dengan kualitas yang konsumen inginkan (Apyaleva dkk, 2016). Salah satu



laboratorium di Indonesia yang melakukan pengujian terhadap batu bara adalah Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta.

Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta melakukan pengujian terhadap nilai kalori dari batu bara. Pengujian nilai kalori ini mengacu pada metode ASTM D5865-13 tentang cara pengukuran nilai kalori pada batu bara secara panas pembakaran dengan bom kalorimeter. Bom kalorimeter digunakan untuk menentukan nilai kalor dari reaksi-reaksi pembakaran. Reaksi pembakaran yang terjadi dalam bom akan menghasilkan kalor dan diserap oleh air dan bom, oleh karena itu tidak ada kalor yang akan terbuang ke lingkungan. Pemilihan metode tersebut karena lebih cepat, tepat, dan efisien dalam menentukan nilai kalori batu bara sehingga tidak membutuhkan waktu yang lama.

Metode ini dikembangkan oleh Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta, yang semula pada metode ini batu bara yang akan ditentukan nilai kalornya langsung dianalisis dengan bom kalorimeter, tetapi dimodifikasi menjadi batu bara dilakukan proses pemanasan menggunakan oven terlebih dahulu sebelum dianalisis menggunakan alat bom kalorimeter. Pemanasan ini berfungsi untuk menghilangkan kadar air yang terdapat pada batu bara, sehingga nantinya nilai kalori yang dihasilkan oleh batu bara bisa maksimal. Modifikasi metode termasuk dalam pengembangan metode pengujian, sehingga perlu dilakukan validasi metode untuk mengetahui karakteristik kinerja prosedur dari metode tersebut agar memenuhi syarat keberterimaan yang telah ditetapkan.

Validasi merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan penggunaannya (Harmita, 2004). Fungsi validasi yaitu evaluasi kinerja suatu metode analisis, menjamin akurasi dan presisi dari hasil prosedur analisis dan mengurangi resiko penyimpangan. Parameter uji validasi terdiri dari linearitas, presisi, akurasi dan limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ), serta estimasi ketidakpastian pengukuran. Parameter validasi yang diambil untuk melakukan validasi terhadap metode tersebut antara lain adalah presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian pengukuran.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang yang ada maka dapat disusun rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimanakah penentuan nilai kalori dalam sampel batu bara dengan menggunakan metode bom kalorimeter?
2. Bagaimana validasi metode penentuan nilai kalori dalam sampel batu bara menggunakan bom kalorimeter dengan parameter presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian?

## **1.3 Tujuan**

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah yang ada, validasi metode penentuan nilai kalori dalam sampel batu bara bertujuan untuk:

1. Mengetahui penentuan nilai kalori dalam sampel batu bara dengan menggunakan metode bom kalorimeter.
2. Mengetahui validasi metode penentuan nilai kalori dalam sampel batu bara menggunakan bom kalorimeter dengan parameter presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian.

## **1.4 Manfaat**

Manfaat yang dapat diperoleh dari hasil praktik kerja lapangan yang telah dilakukan adalah sebagai berikut:

### **1. Manfaat untuk Peneliti**

- 1) Menambah ilmu pengetahuan mengenai analisis terhadap barang-barang ekspor dan impor dari dan ke Indonesia.
- 2) Menambah pengetahuan dan wawasan mengenai pengujian batu bara di Balai Pengujian dan Identifikasi Tipe A Jakarta.
- 3) Mengevaluasi hasil validasi batu bara menggunakan metode bom kalorimeter.
- 4) Menambah pengetahuan dan wawasan mengenai validasi pengujian batu bara menggunakan metode bom kalorimeter?

## **2. Manfaat untuk Instansi**

- 1) Mengevaluasi hasil validasi batu bara menggunakan bom kalorimeter di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta.
- 2) Memberikan informasi mengenai nilai ketidakpastian penentuan nilai kalori batu bara menggunakan bom kalorimeter di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta.

## **3. Manfaat untuk Umum**

- 1) Memberikan manfaat bagi para penguji untuk mengetahui hasil validasi batu bara menggunakan bom kalorimeter.
- 2) Sebagai bahan referensi data pengujian yang dapat digunakan untuk pengujian batu bara menggunakan bom kalorimeter.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Profil Instansi**

Balai Pengujian dan Identifikasi Barang (BPIB) Tipe A Jakarta adalah unit pelaksanaan teknis pada Direktorat Jenderal Bea dan Cukai (DJBC) yang menangani dan bertanggungjawab dalam bidang pengujian dan identifikasi barang. Unit ini berdiri pada tahun 1990 berdasarkan surat Keputusan Menteri Keuangan Republik Indonesia Nomor 784 tahun 1990, dalam organisasi dan manajemen laboratorium Bea dan Cukai pusat yang berkedudukan dan bertanggung jawab pada Direktur Pabean. Pada tahun 1993, berdasarkan surat Keputusan Menteri Keuangan Republik Indonesia Nomor 752 tahun 1993, BPIB Tipe A Jakarta berkedudukan dan bertanggung jawab pada Direktur Tarif dan Harga. Sejak tahun 1998, organisasi pada DJBC ini telah diganti oleh Keputusan Menteri Keuangan Republik Indonesia Nomor 31 tahun 1998 bahwa BPIB Tipe A Jakarta berkedudukan dan bertanggung jawab pada Direktur Teknis Kepabeanan. Namun, berdasarkan Keputusan Menteri Keuangan Republik Indonesia Nomor 449 tahun 2001 tanggal 23 Juli 2001, struktur organisasi BPIB Tipe A Jakarta berada di bawah dan bertanggung jawab langsung pada Direktur Jenderal Bea dan Cukai dan secara teknis fungsional dibinda oleh Direktur Teknis Kepabeanan. Seiring dengan perkembangan era globalisasi, BPIB Tipe A Jakarta sejak tanggal 6 November 2002 telah meraih akreditasi sesuai dengan SNI 19.17025.2000 atau ISO 17025:2000 sebagai laboratorium pengujian. Terakhir telah diperbaharui tanggal 10-11 Oktober 2006 sesuai dengan ISO/IEC 17025.2005 dengan nomor akreditasi LP-158-IDN.

Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta bertanggung jawab melakukan pengujian sedemikian rupa untuk memenuhi persyaratan *World Custom Organization Laboratory Guide* dan ISO/IEC 17025-2005 serta untuk memuaskan kebutuhan pelanggan, pihak yang berwenang atau organisasi yang memberikan pengakuan. Saat ini parameter yang termasuk dalam lingkup akreditasi meliputi:

1. Pengujian minuman mengandung etil alkohol (MMEA)
2. Pengujian garam (NaCl)
3. Pengujian minyak pelumas
4. Pengujian polimer
5. Pengujian gula kristal putih
6. Pengujian gula kristal rafinasi
7. Pengujian gula kristal mentah
8. Pengujian tekstil
9. Pengujian *low alloy steel*
10. Pengujian *crude palm oil* (CPO)

Balai Pengujian dan Identifikasi Barang bertugas melaksanakan pengujian laboratorium dan identifikasi barang berdasarkan peraturan perundang-undangan yang berlaku. Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A mempunyai tugas sebagai berikut:

1. Penyusunan rencana strategis dan program serta evaluasi pelaksanaan pengujian laboratorium dan identifikasi barang.
2. Pelaksanaan pengujian laboratorium, pengujian ulang dan identifikasi barang.
3. Pelayanan pengujian laboratorium dan identifikasi barang.
4. Penelitian, pengembangan maupun evaluasi metode pengujian dan identifikasi barang.
5. Penyiapan bahan penyusun standardisasi maupun pembakuan metode pengujian dan identifikasi barang.
6. Pemeliharaan dan perawatan laboratorium.
7. Pelaksanaan administrasi Balai Pengujian dan Identifikasi Barang.

Visi Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta adalah Menjadi Laboratorium Pengujian Bea dan Cukai dengan Standar Internasional. Misi Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta adalah memberikan pelayanan yang terbaik kepada industri, perdagangan dan masyarakat.

## 2.2 Batu Bara

Batu bara merupakan batuan sedimentasi yang berwarna hitam atau hitam kecoklatan yang mudah terbakar, karena terbentuk dari batuan endapan organik yang terdiri dari karbon, hidrogen, oksigen, dan unsur-unsur lain (Chrisman, 2008). Pembentukan batu bara dikenal sebagai proses pembatubaraan atau *coalification*. Faktor fisika dan kimia yang terdapat di alam akan mengubah selulosa menjadi lignit, subbitumin, bitumin, atau antrasit.

Indonesia memiliki endapan batu bara yang bernilai ekonomis yang berada di cekungan tersier, yang terletak di bagian barat Paparan Sunda (termasuk Pulau Sumatera dan Kalimantan), sehingga Indonesia menjadi salah satu negara penghasil batu bara terbesar di dunia. Potensi sumber daya batu bara Indonesia cukup besar yaitu 61,366 miliar ton yang tersebar di 19 provinsi. Potensi dengan jumlah paling banyak adalah batu bara jenis kalori sedang sebesar 37,69467 miliar ton, batu bara jenis kalori rendah sebesar 14,94962 miliar ton dan selebihnya batu bara dengan nilai kalori tinggi dan sangat tinggi (Susilawati, 2013).

Batu bara terbentuk dari endapan gambut pada iklim purba sekitar khatulistiwa yang mirip dengan kondisi kini. Batu bara yang tergolong dalam kubah gambut diantaranya terbentuk pada kondisi dimana mineral-mineral anorganik yang terbawa air dapat masuk ke dalam sistem dan membentuk lapisan batu bara yang berkadar abu dan sulfur rendah dan menebal secara lokal. Hal ini sangat umum dijumpai pada batu bara miosen. Sebaliknya, endapan batu bara ini terbentuk pada lingkungan lakustrin, dataran pantai atau delta, mirip dengan daerah pembentukan gambut yang terjadi saat ini di daerah timur Sumatera dan sebagian besar Kalimantan (Frederich dkk., 1999).

Mineral dapat dikategorikan ke dalam beberapa kelas yang disusun berdasarkan komposisi kimia (anion) dari mineral yaitu kelas silikat, karbonat, sulfat, halida, oksida dan sulfida. Sebagian besar dari bijih yang diolah berasal dari kelas oksida dan sulfida (Nur'aini, 2017). Mineral-mineral ini biasanya didapatkan dengan cara di tambang.

Pertambangan adalah suatu kegiatan pengambilan endapan bahan galian berharga dan bernilai ekonomis dari dalam kulit bumi, baik secara mekanis dan

manual pada permukaan bumi dan dibawah permukaan bumi. Pemerintah Republik Indonesia melalui Peraturan Pemerintahan Nomor 27 tahun 1980 membagi bahan galian menjadi 3 golongan yaitu:

1. Bahan galian strategis disebut bahan galian golongan A terdiri dari minyak bumi, bitumen cair, lilin beku, gas alam, bitumen padat, aspal, antrasit, batu bara muda, uranium, radium, *thorium* bahan galian radioaktif lainnya seperti nikel, kobal, dan timah.
2. Bahan galian vital disebut pula sebagai bahan galian golongan B terdiri dari besi, molibdenum, krom, wolfram, vanadium, titan, bauksit, tembaga,
3. timbal, seng, emas, platina, perak, air raksa, arsen, antimon, bismut, serium, dan logam langka lainnya seperti zirkon, kristal kuarsa dan barit.
4. Bahan galian non strategis dan non vital, disebut pula sebagai bahan galian golongan C. Terdiri dari nitrat, nitrit, fosfat, garam batu, mika, magnesit dan leusit.

Kegiatan usaha pertambangan mineral dan batubara yang merupakan kegiatan usaha pertambangan di luar panas bumi, minyak dan gas bumi serta sir tanah mempunyai peranan penting dalam memberikan nilai tambah secara nyata kepada pertumbuhan ekonomi nasional dan pembangunan daerah secara berkelanjutan. Lokasi sumber daya tambang mineral tersebar di beberapa daerah di Indonesia seperti di Sumatera, Jawa, Kalimantan, Sulawesi, Nusa Tenggara Barat, Nusa Tenggara Timur, dan Papua (Nur'aini, 2017).

Sumber energi ini terbentuk selama ratusan juta tahun melalui pelapukan tumbuhan. Lapukan tumbuhan ini akan mengeras dengan adanya tekanan-tekanan yang terus menerus berulang, walau tidak selalu dengan kekuatan seragam (Irzon dkk, 2013). Akumulasi tumbuhan purba ini pada awalnya berakumulasi pada daerah rawa dan lahan gambut. Area akumulasi ini dapat berubah kemudian melalui proses-proses geologi yang juga akan mempengaruhi kualitas batu bara.

Secara kandungan elemental, batu bara memiliki dua formula empiris yaitu bitumen ( $C_{137}H_{97}O_9NS$ ) dan antrasit ( $C_{240}H_{90}O_4NS$ ). Tingkat perubahan yang dialami batu bara, dari level gambut hingga menjadi antrasit disebut pengarangan. Pengarangan memiliki hubungan yang penting dan hubungan

tersebut disebut sebagai tingkat mutu batu bara. Berdasarkan tingkat mutu umumnya batu bara dibagi menjadi empat level, yakni antrasit, bitumen, sub-bitumen dan lignit (Irzon dkk, 2013).

Antrasit merupakan batu bara padat, keras, dengan warna pekat dan berbinar seperti kaca. Antrasit mengandung 86-98% karbon secara berat, terbakar perlahan dengan warna api biru pucat dan sangat sedikit menghasilkan asap. Bitumen berkadar karbon antara 69% hingga 86%, sedangkan sub-bitumen mengandung lebih sedikit karbon dengan kadar air lebih banyak. Jenis lignit juga disebut sebagai *brown coal*, berbentuk lembut dan mengandung hingga 70% air. Lignit merupakan jenis yang mengeluarkan polusi terbesar dibanding dengan lainnya (Irzon dkk, 2013).

Secara keseluruhan komponen batu bara terdiri dari *volatile matter* (organik dan mineral), abu dan air. Menurut ASTM D388-99, peringkat batubara bila didasarkan pada karbon total (*fixed carbon*), *volatile matter*, dan nilai kalori (*heating value*) dapat dilihat pada Tabel 2.1.

**Tabel 2.1 Spesifikasi ASTM untuk bahan bakar padat**

Kelas	Grup		<i>Fixed Carbon</i>	<i>Volatile Matter</i>	<i>Heating Values</i>
	Nama	Simbol	Dry (%)	Dry (%)	Dry basis (Kal/g)
Antrasit	Meta-antrasit	Ma	>98	>2	7740
	Antrasit	An	92-98	2,0-8,0	8000
	Semiantrasit	Sa	86-92	8,0-15	8300
Bitumin	<i>low-volatile</i>	lvb	78-86	14-22	8741
	<i>medium volatile</i>	mvb	89-78	22-31	8640
	<i>high-volatile A</i>	hvAb	<69	>31	8160
	<i>high-volatile B</i>	hvBb	57	57	6750-8160
	<i>high-volatile C</i>	hvCb	54	54	7410-8375
Subbitumin	subbitumin A	subA	55	55	6765-7410
	subbitumin B	subB	56	56	6880-7540
	subbitumin C	subC	53	53	6540-7230
Lignit	lignit A	ligA	52	52	5990-6860
	lignit B	ligB	52	52	4830-6360
					<5250

Pengujian kualitas batubara yang biasa dilakukan antara lain analisis proksimat, analisis ultimat, penentuan nilai kalor dan penentuan nilai hard grove



index (HGI). Analisis proksimat meliputi analisis kadar air, kadar zat terbang, kadar abu dan kadar karbon tetap, sedangkan analisis ultimat meliputi analisis kadar karbon, nitrogen, hidrogen dan sulfur.

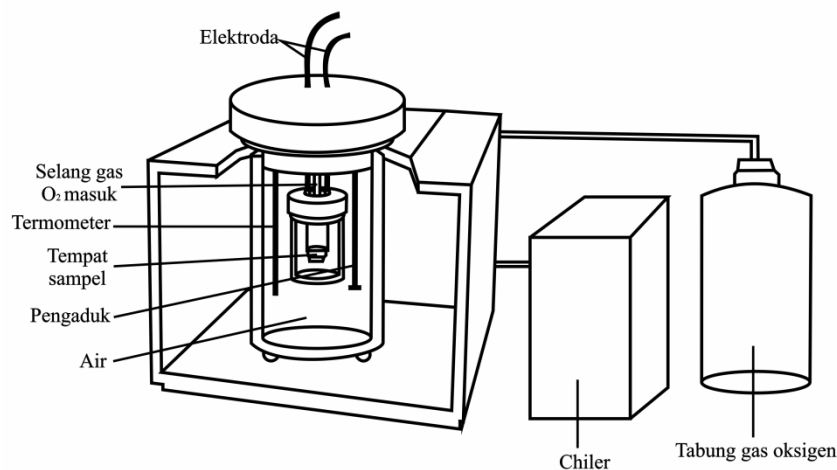
### **2.3 Bom Kalorimeter**

Seperti lazim diketahui, setiap proses melibatkan energi atau panas di dalamnya. Oleh karena itu, bagaimana bentuk panas maupun berapa jumlah panas yang terkandung dalam suatu bahan semakin menarik untuk diteliti. Bom kalorimeter merupakan peralatan yang berfungsi sebagai pengukur panas. Hasil pengukuran kalorimetrik lazim ditindaklanjuti menggunakan hukum- hukum termodinamika untuk kemudian dimanfaatkan pada prespektif yang lebih luas. Telah dikembangkan beragam sistem pada kalorimeter, seperti yang telah dikembangkan oleh Wadso dkk (2001) dengan kalorimeter konduksi panas isothermal sederhana.

Jumlah energi yang terkandung dalam suatu bahan persatuan massa disebut *calorific value* (panas jenis). *Calorific value* ini merupakan hal yang penting dalam menilai tingkat efisiensi suatu bahan. Bahan dengan nilai panas jenis lebih besar akan lebih efektif dalam proses pembakaran energi yang lebih besar dengan massa yang sedikit. Uji panas jenis telah umum dilakukan pada batu bara arang, kayu bakar dan bahan bakar padat lain. Rangkaian pengujian menasbihkan bahwa kualitas bahan bakar secara umum ditentukan oleh kandungan panasnya (Reguiera dkk, 2001; Akers dkk, 2006; dan Irzon dan Permanadewi 2012).

Aplikasi bom kalorimeter oleh Reguiera dkk (2001) dimanfaatkan pada potensi biomassa di lingkungan hutan, sebagian besar merupakan kayu, sebagai potensi pengganti BBM yang jumlahnya semakin menipis dan semenjak 50 tahun lalu telah menyebabkan apa yang disebut sebagai krisis energi. Krisis energi ini yang diperkirakan memperlambat ekonomi industri pada berbagai belahan bumi. Menggunakan perangkat yang sama, dilengkapi dengan penambahan parameter dan peralatan lain, Reguiera dkk (2004) semakin mengembangkan terhadap potensi kebakaran hutan di wilayah Spanyol berdasarkan spesies tanaman yang ada pada daerah tertentu. Potensi bencana diperinci hingga kemungkinan pada

empat musim berbeda dengan membaginya berdasarkan skala kebencanaan tersendiri. Makanan laut yang menjadi sumber asupan yang memiliki beragam nutrisi dengan sumber energi yang lebih baik pula telah dianalisis oleh Doyle dkk (2006) dengan memadukan pengukuran menggunakan metode *bom kalorimeter* dengan *proximate composition*. Menurut Ogwueleka dan Ogwueleka (2010), memanfaatkan perangkat ini terhadap permodelan energi yang berasal dari padatan sampah pembuangan masyarakat kota. Representasi dan tampilan dari *bom kalorimeter* dapat dilihat pada Gambar 2.1.



**Gambar 2.1 Skema rinci perangkat bom kalorimeter**

Bagian atau komponen dari alat bom kalorimeter mempunyai fungsinya masing-masing. Termometer atau termokopel berfungsi untuk mengukur suhu pada saat awal dan suhu pada saat setelah terjadi proses analisis. Agitator atau pengaduk berfungsi untuk mengaduk air disekitar *bucket* agar suhu air yang ada didalamnya merata. Katup oksigen atau selang berfungsi sebagai tempat masuknya oksigen didalam *bom head* yang digunakan untuk proses pembakaran. Cawan atau tempat sampel berfungsi untuk meletakkan sampel yang akan dianalisis (dibakar) dalam *bom head*. *Bom head* berfungsi sebagai tempat berlangsungnya analisis (pembakaran). Katup listrik atau elektroda berfungsi sebagai pemantik listrik untuk menghasilkan api dalam *bom head*. *Bucket* berfungsi untuk tempat meletakkan *bom head* yang didalamnya juga terdapat air sebagai

pendingin ketika analisis (pembakaran) sedang berlangsung. *Chiller* berfungsi untuk mengatur suhu pada bom kalorimeter.

## 2.4 Validasi Metode

Laboratorium pengujian menggunakan metode standar seperti CODEX, AOAC, ASTM, SNI dan standar nasional lainnya yang secara ekstensif telah divalidasi melalui percobaan-percobaan antar laboratorium. Namun demikian, tanggungjawab tetap kepada pengguna untuk mendokumentasikan validasi metode selengkap mungkin untuk memenuhi kebutuhannya. Semua operasi dan pengukuran dalam metode analisa mempunyai kesalahan yang melekat pada setiap metode. Setiap metode yang digunakan laboratorium dalam melaksanakan pengujian dievaluasi dan diuji untuk menjamin bahwa unjuk kerja suatu metode dapat dimengerti dan menghasilkan data yang sesuai dengan tujuan (Sumardi, 2000).

Validasi adalah konfirmasi melalui pengujian dan pengadaan bukti yang selektif bahwa persyaratan tertentu untuk maksud khusus terpenuhi (Kantasubrata, 2008). Metode validasi dilakukan ketika suatu metode analisis dikembangkan atau dilakukan modifikasi atau revisi dari metode resmi, dengan tujuan memperlihatkan bahwa metode yang bersangkutan dapat dipercaya dan dapat dipertanggungjawabkan secara ilmiah.

Metode analisis yang menggunakan metode resmi seperti USP, BP, AOAC, ISO dan tidak perlu di validasi terlebih dahulu sebelum digunakan, kecuali apabila telah dilakukan modifikasi dari metode resmi tersebut. Penggolongan metode analisis yaitu:

1. Metode standar, metode acuan, metode baku

Metode standar adalah metode yang dikembangkan oleh suatu organisasi atau badan standardisasi baik nasional maupun internasional. Contoh metodenya antara lain metode SNI dikembangkan oleh Badan Standardisasi Nasional (BSN), metode ASTM dikembangkan oleh *American Society for Testing and Materials*, dan metode *British Standard Institution* (BSI) dari Inggris.

2. Metode Resmi

Metode resmi adalah metode yang dipersyaratkan oleh undang-undang atau peraturan untuk digunakan oleh pemerintah atau organisasi atau lembaga atau industri yang diatur oleh pemerintah. Contohnya adalah Farmakope Indonesia IV (FI IV) untuk Indonesia, USP XXVI untuk USA

3. Metode yang dikembangkan oleh laboratorium (*In-House Developed Methods*)

4. Metode Pustaka

Metode pustaka adalah metode yang dipublikasikan dalam berbagai majalah ilmiah terspesialisasi seperti *Warta Kimia Analitik*, *Kimia Farmasi*, *Jurnal-jurnal Kimia Analisis*.

5. Metode yang dikembangkan oleh organisasi profesional ilmiah dan penggunaannya relevan dengan bidang ilmu profesional tersebut. Contohnya antara lain metode AOAC, dikembangkan oleh *Association of Official Analytical Chemist*.

Sebelum suatu metode analisis divalidasi, metode tersebut harus dikembangkan secara menyeluruh dan prosedurnya ditulis secara terperinci. Sedangkan metode yang harus divalidasi adalah sebagai berikut:

1. Metode tidak baku misalnya dari diktat, *textbook* dan jurnal yang belum diakui secara luas.
2. Metode yang didesain atau dikembangkan oleh laboratorium untuk keperluan sendiri yang merupakan suatu kegiatan yang terencana dan ditugaskan kepada personil yang cakap, dilengkapi dengan sumber daya yang memadai.
3. Perubahan sekecil apapun dari metode standar misalnya perubahan prosedur dan perubahan volume reagensia.
4. Metode rutin digunakan di laboratorium yang berbeda atau dilakukan oleh analis yang berbeda atau dilakukan dengan peralatan yang berbeda.
5. Gabungan dari dua atau lebih metode standar seperti penggabungan dari metode yang diadopsi dari AOAC dan ICH.

Ketepatan menyatakan kedekatan dengan nilai yang dapat diterima, baik nilai sebenarnya maupun nilai pembanding. Ketepatan dilaporkan sebagai persen *recovery*. Ketelitian menyatakan kedekatan antara satu seri pengukuran yang diperoleh dari pengambilan ganda terhadap contoh homogen yang sama pada kondisi tertentu. Spesifisitas menyatakan kemampuan metode untuk menilai secara pasti analit yang berada bersama komponen lain. Komponen lain dapat berupa hasil urai, pengotor, dan matriks contoh. Limit deteksi menyatakan jumlah analit terkecil yang dapat dideteksi dalam contoh. Limit kuantisasi menyatakan jumlah terendah analit dalam contoh yang secara kuantitatif dapat ditetapkan dengan ketelitian dan ketepatan yang sesuai. Linieritas menyatakan kemampuan metode analisis untuk memberikan hasil uji yang secara langsung proporsional terhadap konsentrasi analit dalam contoh pada rentang yang ditentukan (Riyanto, 2015).

Beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi metode adalah:

1. Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit sebenarnya (Riyanto, 2015). Hasil analisis kimia yang telah dilakukan dengan ketelitian yang tinggi belum tentu memberikan hasil yang sebenarnya. Perbedaan nilai tersebut merupakan kesalahan suatu analisis yang disebut dengan ketepatan atau akurasi. Ada empat macam metode yang dapat dilakukan untuk uji akurasi, antara lain:

1. Menganalisis suatu sampel yang telah diketahui konsentrasinya kemudian nilai hasil analisis dibandingkan dengan nilai sebenarnya.
2. Membandingkan nilai hasil analisis dari metode yang digunakan dengan nilai hasil analisis menggunakan metode baku dan standar.
3. Menggunakan uji perolehan kembali (*recovery*) yang dilakukan dengan menambahkan sejumlah analit ke dalam matriks blanko.
4. Menggunakan teknik adisi standar apabila persiapan matriks contoh tidak mungkin dilakukan. Nilai perolehan kembali tidak akan berbeda nyata

dengan 100%, apabila dalam uji perolehan kembali tidak terjadi kesalahan sistematis.

Uji perolehan kembali dengan teknik adisi standar mempunyai beberapa kelemahan, yaitu adanya perbedaan antara kondisi analit yang ditambahkan dengan kondisi analit dalam matriks. Nilai uji perolehan kembali 100% tidak selalu menggambarkan bahwa seluruh analit dalam matriks telah benar-benar digambarkan oleh data hasil uji. Uji perolehan kembali hanya digunakan sebagai uji pendahuluan dalam evaluasi akurasi metode. Rentang perolehan kembali analit dapat dilihat pada Tabel 2.2.

**Tabel 2.2 Rentang Perolehan Kembali Analit dalam Beberapa Konsentrasi (AOAC, 1993)**

<b>Konsentrasi Analit dalam Sampel</b>	<b>Batasan % <i>recovery</i></b>
100%	98-101%
10%	95-102%
1%	92-105%
0,1%	90-108%
0,01%	85-110%
10 µg/g (ppm)	80-115%
1 µg/g	75-120%
10 µg/kg (ppb)	70-125%

## 2. Presisi

Presisi didefinisikan sebagai kedekatan hasil yang diterima baik sebagai nilai teoritis maupun sebagai nilai rujukan yang diterima dengan nilai yang diperoleh dari hasil pengukuran (ICH 1995 diacu dalam Chan, 2004). Suatu ukuran penyebaran (dispersi suatu kumpulan hasil), kedekatan dari suatu rangkaian pengukuran berulang-ulang satu sama lain. Presisi juga merupakan keadaan kedekatan antara hasil tes yang diperoleh di bawah kondisi yang ditetapkan (Fleming dan Williams, 1996). Semakin dekat nilai-nilai hasil pengulangan pengukuran maka semakin tinggi presisi pengukuran tersebut.

Presisi menggambarkan kesalahan acak dari suatu hasil pengukuran. Kesalahan acak berasal dari pengaruh-pengaruh yang tidak dapat diperkirakan, bervariasi terhadap ruang, dan bersifat sementara. Kesalahan acak sulit untuk dihindari, banyak berhubungan dengan instrumen ukur, peralatan contoh yang diukur, prosedur kerja, dan lingkungan.

Presisi dapat dibagi dalam tiga kategori yaitu keterulangan (*repeatability*), presisi antara dan ketertiruan (*reproducibility*):

1. Keterulangan (*repeatability*) adalah keseksamaan metode apabila dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi yang sama dan dalam interval waktu yang pendek. *Repeatability* dinilai melalui pelaksanaan penetapan terpisah lengkap terhadap sampel-sampel identik yang terpisah dari *batch* yang sama, jadi memberikan ukuran keseksamaan pada kondisi yang normal.
2. Presisi antara (*intermediate precision*) yaitu merupakan bagian dari presisi yang dilakukan dengan cara mengulang pemeriksaan terhadap contoh uji dengan alat, waktu, analis yang berbeda, namun dalam laboratorium yang sama.
3. Ketertiruan (*reproducibility*) adalah keseksamaan metode apabila dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Analisis dilakukan dalam laboratorium-laboratorium yang berbeda menggunakan peralatan, pereaksi, pelarut, dan analis yang berbeda pula. Analisis dilakukan terhadap sampel-sampel yang diduga identik yang dicuplik dari *batch* yang sama. *Reproducibility* dapat juga dilakukan dalam laboratorium yang sama dengan menggunakan peralatan, pereaksi, dan analis yang berbeda (Harmita, 2004).

Kriteria seksama diberikan apabila metode memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) 2% atau kurang. Kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium. Menurut Harmita (2004), kadar analit yang dianalisis semakin turun maka koefisien variasi akan semakin meningkat.

Hasil penelitian ditemukan bahwa koefisien variasi meningkat seiring dengan menurunnya konsentrasi analit. Pada kadar 1% atau lebih, standar deviasi relatif antara laboratorium adalah sekitar 2,5% ada pada satu per seribu adalah 5%. Nilai *relative standard deviation* satu per sejuta (ppm) adalah 16% dan pada kadar *part per billion* (ppb) adalah 32%. Metode yang sangat kritis, secara umum diterima bahwa *relative standard deviation* harus lebih kecil dari 2% (Harmita,

2004). Simpangan baku relatif yang dinyatakan dalam persentase (*relative standard deviation*, %RSD) yang merupakan perbandingan antara simpangan baku dengan rerata hasil pengulangan pengujian harus memenuhi batasan keberterimaan yang disyaratkan oleh metode pengujian yang sedang diverifikasi. Apabila metode pengujian tidak mensyaratkan batasan persentase *relative standard deviation* maka persentase *relative standard deviation* hasil pengulangan pengujian dari proses verifikasi metode tidak boleh melebihi persentase KV Horwitz. Koefisien variasi atau persen relatif standar deviasi (%RSD) dan persentase KV Horwitz dapat dihitung dengan rumus (Harmita, 2004):

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

$$KV (\%) = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

$$KV \text{ Horwitz } (\%) = 2^{1-0,5 \log C}$$

Keterangan:

SD : standar deviasi

KV : koefisien variasi (RSD, simpangan baku relatif)

$X_i$  : nilai dari masing-masing pengukuran

$\bar{X}$  : rata-rata pengukuran

n : jumlah pengukuran (pengulangan)

Nilai C menunjukkan rata-rata konsentrasi larutan standar dikali 10-6 sebagai konversi dari ppm ke persen. Presisi dapat ditentukan dengan *repeatability*, *repeatability* dikatakan baik apabila nilai %RSD < 2/3% KV Horwitz. Presisi dapat pula ditentukan dengan *reproducibility*. *Reproducibility* dikatakan baik apabila nilai %RSD < KV Horwitz. Pengulangan perlakuan masing-masing contoh akan menunjukkan presisi hasil uji yang dilakukan berdasarkan kondisi operator, peralatan, contoh, dan laboratorium yang sama.

## 2.5 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian merupakan suatu rentang nilai yang menunjukkan suatu nilai benar. Menurut ISO/IEC 17025:2005 Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi, dalam standar diatur bahwa laboratorium wajib mempunyai dan menerapkan prosedur untuk mengestimasi



ketidakpastian pengukuran. Ketidakpastian pengukuran menyatakan parameter yang terkait dengan hasil pengukuran dan mencirikan penyebaran nilai-nilai yang cukup dan dapat dikaitkan dengan pengukuran.

Mengukur merupakan proses mengaitkan angka secara empirik dan objekif pada sifat-sifat objek atau kejadian, sehingga angka yang diperoleh dapat menggambarkan dengan jelas mengenai objek dan kejadian tersebut. Tujuan pengukuran adalah untuk menentukan nilai suatu besaran yang diukur. Proses pengukuran adalah suatu proses yang meliputi spesifikasi besaran ukur, metode pengukuran, dan prosedur pengukuran (Sirigar dan Hendrayana, 2007).

Hasil suatu pengukuran hanya suatu taksiran atau perkiraan dari nilai suatu pengukuran, karena pada kegiatan pengukuran terkandung kesalahan sistematik maupun kesalahan acak. Oleh karena itu, hasil pengukuran hanya lengkap apabila disertai dengan nilai ketidakpastian pengukuran (Sirigar dan Hendrayana, 2007).

Kesalahan-kesalahan yang biasanya ditemukan antara lain:

1. Kesalahan instrumentasi dan peralatan gelas yang tidak terkalibrasi.
2. Kesalahan pengerjaan, termasuk kesalahan personil yang bisa dikurangi dengan meningkatkan pengalaman dan perhatian analis terhadap kejujuran dalam bekerja.
3. Kesalahan metode merupakan kesalahan yang dapat dikurangi atau dikoreksi, tetapi sudah menjadi sifat dari suatu metode yang tidak bisa diubah jika tidak maka kondisi penetapan yang harus diubah. Beberapa kesalahan metode termasuk ketidakmurnian pengendapan karena adanya kopresipitasi, terjadinya reaksi samping, reaksi yang tidak sempurna, dan ketidakmurnian pereaksi.

Tahapan-tahapan menentukan ketidakpastian (Eurachem, 2000), yaitu:

1. Skema kerja
2. Menentukan formula atau rumus
3. Menentukan diagram tulang ikan
4. Menentukan ketidakpastian baku
5. Menentukan ketidakpastian gabungan
6. Menentukan ketidakpastian diperluas

## 7. Menentukan sumber-sumber ketidakpastian terbesar

Ketidakpastian ditunjukkan dengan tanda rentang ( $\pm$ ) atau parameter yang dihubungkan dengan hasil pengukuran yang mencirikan dispersi nilai yang beralasan untuk dicantumkan dalam nilai yang diukur (Siregar dan Hendrayana, 2005).

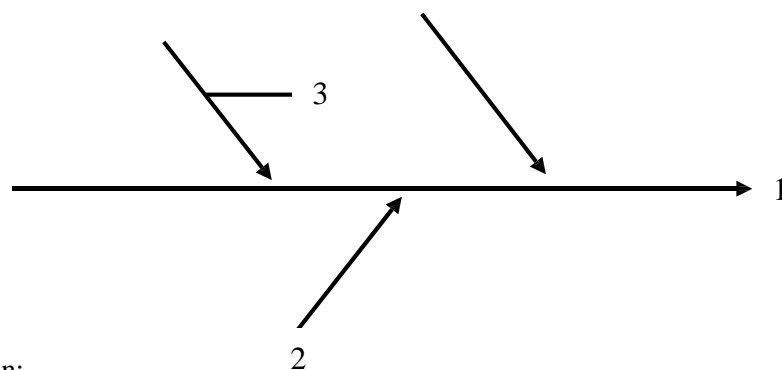
### 2.5.1 Tahapan Pengolahan Data Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

#### 2.5.1.1 Diagram Tulang Ikan

Diagram tulang ikan merupakan identifikasi sumber-sumber ketidakpastian dan daftar semua faktor yang dapat memberikan kontribusi kesalahan terhadap hasil akhir. Cara kerja untuk membuat diagram tulang ikan adalah sebagai berikut:

1. Membuat diagram alir dari metode yang digunakan.
2. Memberi keterangan lengkap dengan menggunakan kalimat pasif.
3. Melihat rumus akhir yang digunakan.
4. Menggambarkan mula-mula tulang punggungnya.
5. Meletakkan parameter yang dicari dalam pengujian sebagai kepala ikan.
6. Menggambarkan apa yang ada didalam rumus dan yang tidak ada didalam rumus tetapi memberikan kontribusi pada ketidakpastian pengukuran (presisi metode sebagai tulang-tulang utama).
7. Menggambarkan faktor-faktor yang mempengaruhi ketidakpastiannya.

Berikut ini adalah contoh diagram tulang ikan:



Keterangan:

- 1 = parameter yang dicari
- 2 = tulang utama yang diambil dari dalam rumus
- 3 = faktor-faktor yang mempengaruhi tulang-tulang utama

### 2.5.1.2 Ketidakpastian Baku

Cara kerja untuk membuat ketidakpastian baku adalah sebagai berikut:

1. Mengidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian dari diagram tulang ikan.
2. Menghitung ketidakpastian pada masing-masing tulang dengan rumus sebagai berikut.

1) Penentuan nilai ketidakpastian baku

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

Keterangan:

s = simpangan baku

n = jumlah pengulangan

2) Tipe B

Tingkat kepercayaan 95%

$$\mu(x) = \frac{s}{2} \text{ atau } \frac{s}{1,96}$$

Tingkat kepercayaan 99%

$$\mu(x) = \frac{s}{3} \text{ atau } \frac{s}{3,09}$$

Apabila informasi tidak disertai keterangan apapun, maka:

$$\text{Rectangular (digital)} \mu(x) = \frac{s}{\sqrt{3}}$$

$$\text{Triangular (analog)} \mu(x) = \frac{s}{\sqrt{6}}$$

### 2.5.1.3 Ketidakpastian Gabungan

Cara kerja untuk membuat ketidakpastian baku adalah sebagai berikut:

1. Komponen-komponen ketidakpastian tersebut mempunyai satuan yang sama yaitu :
  - 1) Setiap komponen dikuadratkan untuk menghilangkan satuan
  - 2) Beberapa faktor yang mempengaruhi ketidakpastian sumber dijumlahkan
  - 3) Jumlah semua faktor diakarkan pangkat dua dari jumlah
2. Komponen-komponen ketidakpastian tersebut tidak mempunyai satuan yang sama.
  - 3.2 Komponen tersebut diubah dahulu sehingga mempunyai satuan

yang sama

3.3 Dikuadratkan, dijumlahkan, dan diakarkan pangkat dua dari jumlah

$$\mu \text{ gabungan} = C \times \sqrt{\left(\frac{\mu_1}{x_1}\right)^2 + \left(\frac{\mu_2}{x_2}\right)^2 + \left(\frac{\mu_3}{x_3}\right)^2 + \left(\frac{\mu_n}{x_n}\right)^2}$$

Keterangan:

C = konsentrasi akhir dari suatu parameter pengujian

$\mu_{1,2,3..n}$  = ketidakpastian dari tulang-tulang utama

$x_{1,2,3..n}$  = nilai atau konsentrasi dari pengukuran yang terdapat pada tulang utama

#### 2.5.1.4 Ketidakpastian Diperluas

Cara kerja untuk membuat ketidakpastian diperluas adalah sebagai berikut:

1. Hasil dari ketidakpastian baku gabungan ( $\mu G$ )
2. Ketidakpastian baku gabungan dikalikan dengan faktor cakupan (2), rumus sebagai berikut:

$$\mu U = 2 \times \mu G$$

Keterangan:

2 = faktor cakupan tingkat kepercayaan 95%

$\mu G$  = ketidakpastian gabungan

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain oven (MEMMERT UNE 500), *automatic* bom kalorimeter IKA C2000, neraca analitik (Sartorius MSA 224S-100) dengan ketelitian  $\pm 0,00026$  gram dan cawan porselen.

#### **3.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu batu bara BB/ UP Komite Akreditasi Nasional tahun 2017, asam benzoat C723 IKA.

#### **3.3 Prosedur Kerja**

##### **3.3.1 Preparasi Contoh Uji**

Contoh uji ditimbang semua atau paling sedikit  $\pm 1$  gram (lolos saring 250  $\mu\text{m}$ ) dan dimasukkan ke dalam cawan porselin kering. Cawan porselin berisi sampel dimasukkan ke dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam. Cawan porselin berisi sampel setelah dipanaskan kemudian didinginkan dalam desikator dan ditimbang hingga bobot konstan.

##### **3.3.2 Pengukuran Standar**

Alat bom kalorimeter diatur kondisi sesuai instruksi Kerja Bom Kalorimeter IKA C2000. Pengukuran sampel dilakukan setelah pengukuran terhadap standar asam benzoat. Satu tablet asam benzoat C723 IKA ditimbang dengan teliti dan dilakukan pengujian sesuai dengan Instruksi Kerja Bom Kalorimeter IKA C2000. Pengukuran sampel dilakukan setelah hasil pengukuran standar sudah sesuai dengan nilai yang tertera pada label strip asam benzoat.

##### **3.3.3 Pengukuran Contoh Uji**

Contoh uji (lolos saring 250 $\mu\text{m}$ ) yang telah dikeringkan ditimbang dengan teliti sebanyak 0,8 - 1,2 gram. Pengujian dilakukan sesuai dengan Instruksi Kerja Bom kalorimeter IKA C2000. Hasil pengujian nilai kalori yang tertera pada layar computer dicetak. Pengujian dilakukan minimal dua kali.

### **3.3.4 Penentuan Presisi**

Pengujian contoh dilakukan sebanyak 7 kali, kemudian diukur nilai kalori batu bara seperti tahapan pengukuran contoh uji pada prosedur sebelumnya. Pengukuran nilai kalori batu bara dilakukan menggunakan bom kalorimeter IKA C2000. Hasil yang diperoleh kemudian diolah untuk menentukan persentase *relative standard deviation*.

### **3.3.5 Penentuan Akurasi**

Pengujian contoh dilakukan sebanyak 7 kali, kemudian diukur nilai kalori batu bara seperti tahapan pengukuran contoh uji pada prosedur sebelumnya. Pengukuran nilai kalori batu bara dilakukan menggunakan bom kalorimeter IKA C2000. Hasil yang diperoleh kemudian diolah untuk menentukan persentase *recovery* yang kemudian dibandingkan dengan nilai *reference standard* yang digunakan yaitu 8.344,12 kal/g (ASTM D5865-13).

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Penentuan Nilai Kalori Batu Bara dengan Bom Kalorimeter

Nilai kalori dalam sampel batu bara ditentukan menggunakan metode bom kalorimeter. Penentuan ini didasarkan pada prinsip alat bom kalorimeter, yaitu didasarkan pada *Azas Black* yang menyatakan bahwa jumlah kalor yang dilepas oleh materi yang bersuhu lebih tinggi akan sama dengan jumlah kalor yang diterima oleh materi yang suhunya lebih rendah.

Prinsip analisis menggunakan bom kalorimeter dilakukan dengan menempatkan sejumlah sampel pada tabung beroksigen yang tercelup dalam medium penyerap kalor (kalorimeter). Sampel kemudian akan terbakar oleh api listrik dari benang yang terpasang dalam tabung. Sejumlah sampel tersebut akan terbakar habis dan menghasilkan panas yang akan dibaca oleh alat bom kalorimeter sehingga diperoleh nilai kalorinya.

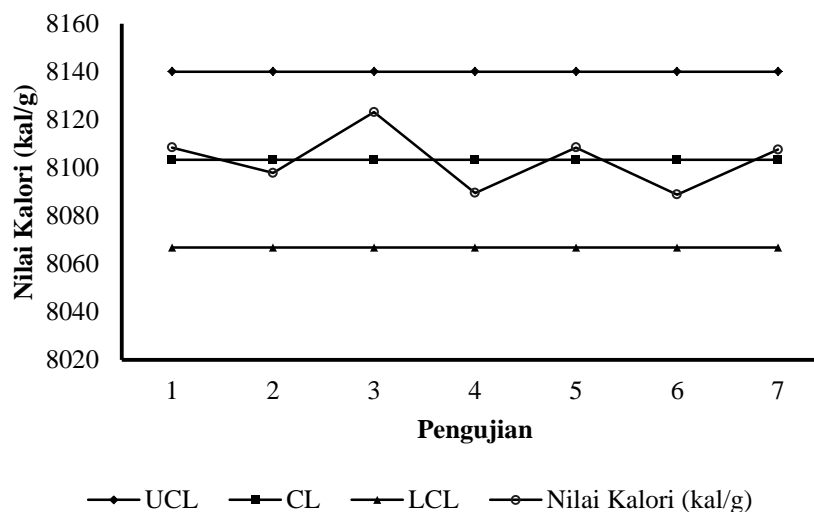
Alat bom kalorimeter dilakukan kalibrasi sebelum digunakan. Kalibrasi dilakukan dengan melakukan pengukuran standar asam benzoat yang sudah diketahui nilai kalorinya yaitu sebesar 6.320,10 kal/g. Sampel batu bara terlebih dahulu dilakukan preparasi, yaitu sampel batu bara yang lolos saring 250  $\mu\text{m}$  ditimbang ke dalam cawan porselin, kemudian dioven pada suhu 105°C selama 1 jam. Hasil didinginkan dalam desikator. Batu bara setelah didinginkan ditentukan nilai kalori dengan instrumen bom kalorimeter. Nilai kalori yang diperoleh dalam sampel batu bara ditunjukkan dalam Tabel 4.1.

**Tabel 4.1 Nilai kalori dalam sampel batu bara**

<b>Pengulangan</b>	<b>Bobot sampel (gram)</b>	<b>Nilai Kalori (kal/g)</b>
1	0,8011	8.108,41
2	0,8039	8.097,80
3	0,9000	8.123,11
4	0,8010	8.089,47
5	0,8038	8.108,42
6	0,8018	8.088,79
7	0,8016	8.107,53
Rata-rata		8.103,36

Nilai kalori yang terkandung dalam sampel batu bara berkisar antara 8.088,79 kal/g sampai 8.123,11 kal/g dengan rata-rata sebesar 8.103,36 kal/g. Berdasarkan nilai kalori yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa sampel batu bara memiliki nilai kalori di bawah nilai *reference standard*.

Data nilai kalori yang terkandung dalam sampel batu bara yang dihasilkan, semua nilai tersebut memiliki ketelitian yang tinggi dan dapat diterima. Hal ini dibuktikan dengan tidak adanya data yang berada di luar nilai *upper control limit* (UCL) dan *lower control limit* (LCL), ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 *Control chart* penentuan nilai kalori batu bara

#### 4.2 Penentuan Presisi

Kedekatan hasil yang diterima, baik sebagai teoritis ataupun sebagai nilai rujukan yang diterima, dengan nilai yang diperoleh dari hasil pengukuran dapat didefinisikan sebagai presisi (ICH 1995 diacu dalam Chan, 2004). Menurut Fleming dkk (1996), presisi merupakan keadaan dimana kedekatan nilai hasil tes yang diperoleh di bawah kondisi yang diterapkan. Nilai-nilai hasil pengulangan pengukuran semakin dekat maka presisi pengukuran tersebut semakin tinggi.

Validasi dengan parameter presisi pada pengujian batu bara menggunakan bom kalorimeter dinyatakan sebagai *repeatability* (keterulangan) dan *reproducibility* (ketertiruan). *Repeatability* dilakukan analisis terhadap sampel yang sama dengan tujuh kali pengulangan, kondisi laboratorium yang sama dan



dalam interval waktu yang pendek. *Reproducibility* juga dilakukan analisis terhadap sampel yang sama dengan tujuh kali pengulangan, pada kondisi laboratorium yang sama tetapi dengan analis atau operator yang berbeda. *Repeatability* menunjukkan keseksamaan hasil analisis dengan hasil pengulangannya. Data hasil pengujian *repeatability* dengan tujuh kali pengulangan ditunjukkan pada Tabel 4.2.

**Tabel 4.2 Hasil presisi untuk *repeatability***

<b>Pengulangan</b>	<b>Bobot sampel (gram)</b>	<b>Nilai Kalori (kal/g)</b>
1	0,8011	8.108,41
2	0,8039	8.097,80
3	0,9000	8.123,11
4	0,8010	8.089,47
5	0,8038	8.108,42
6	0,8018	8.088,79
7	0,8016	8.107,53
Rata-rata		8.103,36
Standar deviasi (SD)		12,2113
RSD (%)		0,1507
KV Horwitz		0,5161
<b>Hasil</b>	<b>Simplo</b>	<b>Duplo</b>
Nilai Kalori (kal/g)	8.108,41	8.097,80
Selisih Pengulangan (kal/g)	10,61	

Nilai kalori yang didapatkan berkisar antara 8.088,79 kal/g sampai 8.123,11 kal/g dengan rata-rata nilai kalori sebesar 8.103,36 kal/g. Nilai kalori yang diperoleh kemudian digunakan untuk menentukan nilai standar deviasi (SD). Nilai standar deviasi (SD) yang didapat adalah sebesar 12,2113. Nilai tersebut dimasukkan dalam rumus perhitungan penentuan persentase *relative standard deviation* (%RSD) dan KV Horwitz. Nilai persentase *relative standard deviation* yang diperoleh adalah sebesar 0,1507% sedangkan nilai KV Horwitz yang diperoleh sebesar 0,51608. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa nilai persentase *relative standard deviation* lebih kecil dari nilai KV Horwitz, sehingga dapat disimpulkan bahwa metode uji untuk analisis batu bara dengan bom kalorimeter memiliki presisi yang baik.

Nilai presisi jika mengacu pada metode yang digunakan, ditentukan dari selisih pengulangan antara hasil simplo dengan hasil duplo. Nilai selisih tersebut yaitu sebesar 10,61 kal/g. Nilai yang diperoleh menunjukkan bahwa nilai presisi sesuai dengan syarat keberterimaan presisi menurut metode ASTM D5865-13 yaitu kurang dari atau sama dengan 35,59 kal/g.

*Repeatability* menunjukkan keseksamaan hasil analisis bila dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Data hasil pengujian *reproducibility* yang dikerjakan oleh dua analis yang berbeda dengan masing-masing tujuh kali pengulangan ditunjukkan pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3 Hasil presisi untuk *reproducibility***

Pengulangan	Analisis 1	Analisis 2
	Nilai Kalori (kal/g)	Nilai Kalori (kal/g)
1	8.108,41	8.055,57
2	8.097,80	8.022,43
3	8.123,11	8.087,94
4	8.089,47	8.083,90
5	8.108,42	8.027,79
6	8.088,79	8.059,75
7	8.107,53	8.024,09
Rata-rata	8.103,36	8.051,64
Selisih hasil	51,72	

Penentuan hasil dari dua analis memiliki ketertiruan yang baik, mengacu pada metode yang digunakan yaitu ASTM D5865-13 yang didasarkan pada selisih antara rata-rata nilai kalori analisis 1 dengan rata-rata nilai kalori analisis 2 memiliki nilai di bawah 61,14 kal/g, maka ketertiruannya dikatakan baik. Tabel 4.3 menunjukkan bahwa hasil analisis oleh dua analis yang berbeda memiliki ketertiruan yang baik dilihat dari hasil nilai selisih di bawah nilai yang sudah ditetapkan.

Kedua hasil presisi, keterulangan dan ketertiruan, menunjukkan bahwa metode yang digunakan untuk penentuan nilai kalori dalam batu bara menggunakan bom kalorimeter memiliki presisi yang baik, sehingga metode ini dapat digunakan sebagai metode tetap pada pengujian batu bara menggunakan bom kalorimeter.

### 4.3 Penentuan Akurasi

Nilai akurasi pada penentuan nilai kalori dalam sampel batu bara menggunakan bom kalorimeter dilakukan dengan membandingkan nilai hasil pengukuran dengan nilai *reference standard* batu bara dengan kadar 8.344,12 kal/g. Nilai *reference standard* batu bara diperoleh dari hasil uji profisiensi Komite Akreditasi Nasional Nomor XX tahun 2017 dengan jumlah peserta sebanyak 66 laboratorium pengujian dengan nilai rata-rata kalori batu bara yang dihasilkan sebesar 8.344,12 kal/g dan nilai standar deviasi sebesar 31,96.

Akurasi dilakukan dengan tujuh kali pengulangan dan nilai rata-rata yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan nilai *reference* batu bara. Hasil penentuan akurasi dapat dilihat pada Tabel 4.4.

**Tabel 4.4 Hasil penentuan akurasi**

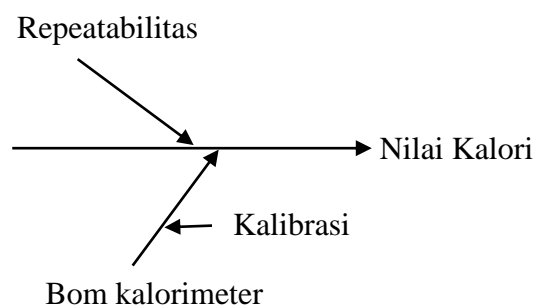
Pengulangan	Bobot sampel (gram)	Nilai Kalori (kal/g)
1	0,8011	8.108,41
2	0,8039	8.097,80
3	0,9000	8.123,11
4	0,8010	8.089,47
5	0,8038	8.108,42
6	0,8018	8.088,79
7	0,8016	8.107,53
Rata-rata		8.103,36
Nilai sebenarnya		8.344,12
<i>Recovery</i> (%)		97,11

Nilai persentase *recovery* diperoleh dari hasil membandingkan nilai kalori rata-rata analisis yang diperoleh dengan nilai *reference* batu bara. Nilai kalori rata-rata yang diperoleh yaitu sebesar 8.103,36 kal/g dan nilai *reference* batu bara yaitu sebesar 8.344,12 kal/g. Hasil tersebut kemudian digunakan untuk menghitung nilai persentase *recovery* dan diperoleh nilai persentase *recovery* sebesar 97,11%. Nilai yang diperoleh masuk ke dalam rentang yang telah ditetapkan oleh AOAC yaitu berkisar antara 92-105%. Hal ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan untuk validasi batu bara menggunakan bom kalorimeter memiliki akurasi yang baik.

#### 4.4 Estimasi Ketidakpastian

Pengukuran nilai ketidakpastian dilakukan untuk mengetahui dan memastikan bahwa hasil validasi batu bara menggunakan menggunakan bom kalorimeter dapat dipertanggungjawabkan keakuratannya dan metode yang digunakan dapat memberikan hasil yang valid.

Penentuan estimasi ketidakpastian yang digunakan pada pengujian ini adalah tipe B. Hal tersebut dikarenakan ketidakpastian setiap alat dan bahan yang digunakan pada saat pengujian didasarkan pada sertifikat hasil kalibrasi dan spesifikasi pabrik yang mengeluarkan bahan dan alat tersebut yaitu 95%. Penentuan ketidakpastian pengukuran nilai kalori batu bara menggunakan bom kalorimeter dapat ditentukan dengan beberapa langkah yaitu membuat prosedur kerja, menentukan rumus, membuat diagram tulang ikan, menentukan ketidakpastian baku dan menentukan ketidakpastian diperluas. Diagram tulang ikan dapat disajikan melalui Gambar 4.2.



**Gambar 4.2 Diagram tulang ikan**

Diagram tulang ikan pada Gambar 4.2 terdapat 2 sumber kesalahan yang mempengaruhi nilai estimasi ketidakpastian validasi batu bara menggunakan bom kalorimeter, yakni ketidakpastian repeatabilitas dan ketidakpastian alat bom kalorimeter. Faktor-faktor yang mempengaruhi nilai estimasi ketidakpastian tersebut kemudian ditentukan nilai estimasi ketidakpastian masing-masing sumber kesalahan.

1. Ketidakpastian dari repeatabilitas

Penentuan nilai ketidakpastian dari presisi menggunakan cara tipe A. Ketidakpastian tipe A didasarkan pada pekerjaan eksperimental sehingga

dihitung dari rangkaian berulang. Ketidakpastian baku ( $\mu$ ) untuk tipe A dapat diperoleh melalui persamaan:

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

Variabel  $s$  adalah simpangan baku dan  $n$  adalah jumlah pengamatan (pengulangan). Data nilai kalori batu bara diperoleh data uji repeatabilitas nilai simpangan baku sebesar 0,001507 kal/g dengan pengulangan sebanyak 7 kali. Nilai estimasi ketidakpastian baku yang didapat sebagai berikut:

$$\mu = \frac{0,001507}{\sqrt{7}} = 0,0006$$

2. Ketidakpastian dari bom kalorimeter

Penentuan nilai ketidakpastian dari bom kalorimeter menggunakan cara tipe A. Ketidakpastian tipe A didasarkan pada pekerjaan eksperimental sehingga dihitung dari rangkaian berulang. Ketidakpastian baku ( $\mu$ ) untuk tipe A dapat diperoleh melalui persamaan:

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

Variabel  $s$  adalah simpangan baku dan  $n$  adalah jumlah pengamatan (pengulangan). Nilai kalori diperoleh data uji repeatabilitas nilai simpangan baku sebesar 5,1962 kal/g dengan pengulangan sebanyak 4 kali. Nilai estimasi ketidakpastian baku yang diperoleh:

$$\mu = \frac{5,1962 \text{ kal/g}}{\sqrt{4}} = 2,5981 \text{ kal/g}$$

Nilai estimasi ketidakpastian yang diperoleh dari masing-masing sumber kesalahan, kemudian digunakan untuk menentukan nilai ketidakpastian gabungan. Hasil penentuan ketidakpastian gabungan dapat dilihat pada Tabel 4.5.

**Tabel 4.5 Ketidakpastian baku dan ketidakpastian gabungan**

No	Ketidakpastian Asal	Nilai (x)	Satuan	$\mu(x)$	$\mu(x)/x$
1	Repeatabilitas	1	-	0,0006	0,0006
2	Kalibrasi bom kalorimeter	8.103,36	kal/g	2,5981	0,0003

Keterangan:

$\mu(x)$  = ketidakpastian baku

$\mu(x)/x$  = ketidakpastian standar relatif

Nilai ketidakpastian standar relatif diperoleh dari hasil ketidakpastian baku masing-masing sumber yang di bagi dengan nilai yang diukur. Hasil nilai estimasi ketidakpastian gabungan dapat diperoleh sebagai berikut:

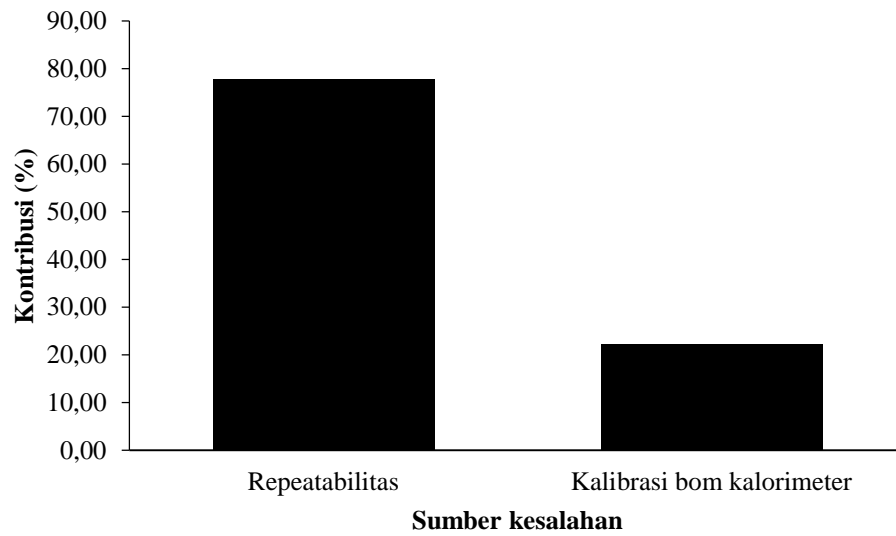
$$\begin{aligned}\mu G &= Q \times \sqrt{\left(\frac{\mu(\text{repeatabilitas})}{\text{repeatabilitas}}\right)^2 + \left(\frac{\mu(\text{bom kalorimeter})}{\text{nilai kalori}}\right)^2} \\ &= 8.103,36 \text{ kal/g} \times \sqrt{\left(\frac{0,0006}{1}\right)^2 + \left(\frac{2,5981 \text{ kal/g}}{8.103,36 \text{ kal/g}}\right)^2} \\ &= 5,51 \text{ kal/g}\end{aligned}$$

Nilai estimasi ketidakpastian diperluas ditentukan dengan menggunakan nilai ketidakpastian gabungan dikali dengan faktor cakupan (k) dan karena menggunakan tingkat kepercayaan 95% maka nilai faktor cakupan (k) dan karena menggunakan tingkat kepercayaan 95% maka nilai faktor cakupan (k) yang digunakan dalam perhitungan ketidakpastian diperluas adalah 1,96 atau 2, maka ketidakpastian diperluas didapat hasil sebagai berikut:

$$\begin{aligned}\mu U &= k \times \mu G \\ &= 2 \times 5,51 \text{ kal/g} \\ &= 11,02 \text{ kal/g}\end{aligned}$$

Hasil nilai ketidakpastian pada sampel batu bara diperoleh sebesar 11,02 kal/g. Nilai tersebut cukup kecil dan masih berada dibawah nilai kadar yang ditetapkan oleh sampel. Nilai ketidakpastian masih memberikan hasil yang teliti ketika nilai ketidakpastian berada dibawah nilai kadar sampel.

Penentuan kontribusi terbesar yang mempengaruhi nilai ketidakpastian pengukuran perlu dilakukan untuk mengetahui variabel yang memiliki pengaruh terbesar dalam penentuan ketidakpastian. Variabel yang berpengaruh diantaranya adalah ketidakpastian yang berasal dari kurva kalibrasi. Perhitungan penentuan kontribusi tersebut dapat dilihat pada Lampiran 8. Diagram kontribusi penyumbang ketidakpastian pada validasi batu bara menggunakan bom kalorimeter dapat dilihat pada Gambar 4.3.



**Gambar 4.3 Diagram kontribusi penyumbang ketidakpastian**

Berdasarkan Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa sumber kesalahan yang menyumbang ketidakpastian terbesar pada validasi batu bara menggunakan bom kalorimeter adalah ketidakpastian kalibrasi oven dengan nilai persentase sebesar 77,79%.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil Praktik Kerja Lapangan yang telah dilakukan di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Nilai kalori yang terdapat dalam sampel batu bara dengan menggunakan metode bom kalorimeter diperoleh sebesar 8.103,36 kal/g.
2. Nilai dari presisi dan akurasi pada validasi metode penentuan nilai kalori dalam sampel batu bara dengan metode bom kalorimeter diperoleh nilai presisi sebesar 0,1507% dan nilai akurasi sebesar 97,11%, menunjukkan hasil yang baik dan sesuai dengan standar validasi metode yang ditetapkan.
3. Nilai estimasi ketidakpastian pengukuran pada validasi metode penentuan nilai kalori dalam sampel batu bara dengan metode bom kalorimeter diperoleh sebesar  $8.103,36 \pm 11,02$  kal/g.

#### **5.2 Saran**

Berdasarkan hasil Praktik Kerja Lapangan yang telah dilakukan di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta, maka penulis menyarankan:

1. Perlu dilakukan pengecekan kembali mengenai sumber-sumber yang mungkin menyumbang nilai ketidakpastian penentuan nilai kalori batu bara.
2. Kelemahan metode ini adalah tidak menentukan parameter yang lain, sehingga perlu dilakukan penentuan parameter yang lain antara lain kadar air, kadar abu, dan kadar sulfur.



## DAFTAR PUSATAKA

- Akers, S.M., Conkle, J.L., Thomas, S.N., and Rider K.B., 2006, Determination of Heat Combustion of Biodiesel Using Bomb Calorimetry, *Journal of Chemical Education*, 83, 260-262.
- AOAC INTERNATIONAL, 2002, *Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requiements: AOAC OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS*.
- Apryaleva, V., Hidayat, B. dan Aulia, S., 2016, Simulasi Dan Analisis Sistem Klasifikasi Batubara Menggunakan *Discrete Wavelet Transform (DWT)*, *Fuzzy Color Histogram (FCH)* Dan *K-Nearest Neighbor (K-NN)* Pada Citra Digital, *Prosiding Of Engineering: Vol. 3 No. 2 Agustus 2016*, ISSN: 2355-9365.
- ASTM D5865-13, 2013, *Standard Test Method for Gross Calorific Value of Coal and Coke* : ASTM Standards.
- ASTM D388-99, 1999, *Standar Calssification of Coals by Rank*, *ASTM International*, West Conshohocken, PA.
- Austin, G. T., 1996, *Industri Proses Kimia*, Jilid 1, Edisi Kelima, Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Chrisman, A., 2008, Preparasi Karbon Aktif Sebagai Adsorben Dari Batubara Sumatera Selatan Dengan Aktivitas CO<sub>2</sub>, *Skripsi*, Fakultas Teknik, Depok: Universitas Indonesia.
- Doyle, T.K., Houghton, J.D.R., Mc Devitt, R., Davenport, J., and Hays, G.C., 2006, The Energy Density of Jellyfish: Estimate from bom-calorimeter and proximate-composition, *Journal of Experimental Marine Biology and Ecology*, 343, 239-252.
- EURACHEM/CITAC GUIDE CG 4, 2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement* (Ellson, S. L. R., Rosslein, M., dan Williams, A., Editor) (second edition), United Kingdom: Departement of Trade and Industry as Part of The National Measurment System Valid Analytical Measurement (VAM) Programme.
- Fleming, I dan Williams, D.H., 1996, *Spectroscopic methods in organic chemistry*, New York: McGraw-Hill.
- Friederich, M.C., Langford, R.P. dan Moore, T.A., 1999, The Geological Setting of Indonesian Coal Deposits, *The AusIMM Proceedings No.2 1999*
- Harmita, 2004, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya, *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Hal:117-121.

- International Conference on Harmonization Expert Working Group, 2005, *ICH Harmonised Tripartite Guideline Validation of Analytical Procedures: Text And Methodology Q2(R1)*, Hal: 1–17.
- Irzon, R., dan Permanadewi, S., 2012, Nilai Kalor Tiga Jenis Sampel Cair Menggunakan Bom Kalorimeter, *Pertemuan Ilmiah Standarisasi*, Mei 2012, Bali.
- Irzon, R., Siregar, D. A. dan Kurnia, 2013, Uji Kandungan Kalor Lima Buah Sampel Batu Bara Dalam Pembuatan Bahan Acuan Standar Internal, *PPI Standarisasi*, Oktober 2013, Jakarta.
- ISO/IEC 17025, 2005, *Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi*.
- Kantasubrata, Y., 2008, *Validasi Metode dan Ketertelusuran Pengukuran Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*, Serpong: PTBN-BATAN.
- Regueira, L. N., Anon, J. R., and Castineras, J. P., 2004, Using Calorimetry for Determination The Risk Indices to Prevert and Fight Forest Fires, *Thermochemica Acta*, 422, 81-87.
- Regueira, L. N., Anon, J. R., Castineras, J. P., Diz, A. V., and Santovena, N. M., 2001, Determination of Calorific Values of Forest Waste Biomass by Static Bomb Calorimeter, *Thermochemica Acta*, 371, 23-31.
- Nur'aini, Y., 2017, Validasi Metode Penentuan Kadar Nikel (Ni) Menggunakan *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES) Di Balai Pengujian Dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta, *Tugas Akhir*, FMIPA, Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia.
- Ogwueleka, T. Ch., and Ogwueleka, F. N., 2010, Modelling Energy Content of Municipal Solid Waste Using Artificial Neural Network, *Journal of Environment, Health, Science and Engineering of Iran*, 7, 259-266.
- Republik Indonesia, 1980, *Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 27 Tahun 1980 Tentang Pembagian Bahan Galian*, Jakarta, Pemerintah Republik Indonesia.
- Riyanto, 2015, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji*, Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi, Yogyakarta: Deepublish.
- Siregar., C.J.P. dan Hendrayana, T, 2007, *Praktek Sistem Manajemen Laboratorium Pengujian yang Baik*, Jakarta: Kedokteran EGC.
- Sukandarrumidi, 2006, *Batubara dan Pemanfaatannya*, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.

- Sumardi., 1981, Metode Destruksi Contoh Secara Kering Dalam Analisa Unsur-Unsur Fe-Cu-Mn dan Zn Dalam Contoh-Contoh Biologis, *Proseding Seminar Nasional Metode Analisis*. Lembaga Kimia Nasional, Jakarta: LIPI.
- Sumardi., 2000, *Validasi dan Verifikasi Metode*, Puslitbang Kimia Terapan LIPI, Bandung.
- Susilawati, 2013, Penyerapan Logam Zinkum (Zn) Dalam Air Limbah Pabrik Benang Karet Menggunakan Batubara Diaktifasi Dan Analisisnya Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom, *Tesis*, FMIPA, Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Wadso, L., Smith, A.L., Shirazi, H., Mulligan, R., and Hofelich, T., 2001, The Isothermal Heat Conduction Calorimeter: A Versatile Instrument for Studying Process in Physics, Chemistry, and Biology, *Journal of Chemical Education*, 78, 1080-1087.

# LAMPIRAN

### Lampiran 1. Pengujian Nilai Kalori Batu Bara

Pengulangan	Bobot sampel (gram)	Nilai Kalori (Cal/g)
1	0,8011	8.108,41
2	0,8039	8.097,80
3	0,9000	8.123,11
4	0,8010	8.089,47
5	0,8038	8.108,42
6	0,8018	8.088,79
7	0,8016	8.107,53
Rata-rata		8.103,36

Perhitungan rata-rata

$$\begin{aligned} \text{Rata - rata} &= \frac{(8.108,41+8.097,80+8.123,11+8.089,47+8.108,42+8.088,79+8.107,53)\text{kal/g}}{7} \\ &= 8.103,36 \text{ kal/g} \end{aligned}$$

## Lampiran 2. Perhitungan Hasil Akurasi

Pengulangan	Bobot sampel (gram)	Nilai Kalori (Cal/g)
1	0,80110	8108,41
2	0,80390	8097,80
3	0,90000	8123,11
4	0,80100	8089,47
5	0,80380	8108,42
6	0,80180	8088,79
7	0,80160	8107,53
	Rata-rata	8103,36
	Reference Standard	8344,12
	%Recovery	97,11

Perhitungan rata-rata

$$\begin{aligned} \text{Rata - rata} &= \frac{(8.108,41+8.097,80+8.123,11+8.089,47+8.108,42+8.088,79+8.107,53)\text{kal/g}}{7} \\ &= 8.103,36 \text{ kal/g} \end{aligned}$$

Perhitungan persentase temu balik

$$\begin{aligned} \% \text{Recovery} &= \frac{\bar{x}}{\text{Reference Standard}} \times 100\% \\ &= \frac{8.103,36 \text{ kal/g}}{8.344,12 \text{ kal/g}} \times 100\% \\ &= 97,11\% \end{aligned}$$

### Lampiran 3. Perhitungan Hasil Presisi

#### Repeatabilitas

Pengulangan	m	x	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,8011	8.108,41	5,05	25,49
2	0,8039	8.097,80	-5,56	30,93
3	0,9000	8.123,11	19,75	390,01
4	0,8010	8.089,47	-13,89	192,97
5	0,8038	8.108,42	5,06	25,59
6	0,8018	8.088,79	-14,57	212,33
7	0,8016	8.107,53	4,17	17,38
Rata-rata		8.103,36	$\Sigma$	894,69
SD		12,2113		
%RSD		0,1507		
KV Horwitz		0,51608		

Keterangan:

m = bobot sampel (gram)

x = nilai kalori (kal/g)

$\bar{x}$  = rata-rata (kal/g)

Perhitungan rata-rata

$$\begin{aligned} \text{Rata - rata} &= \frac{(8.108,41+8.097,80+8.123,11+8.089,47+8.108,42+8.088,79+8.107,53)\text{kal/g}}{7} \\ &= 8.103,36 \text{ kal/g} \end{aligned}$$

Perhitungan standar deviasi

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{(n - 1)}} = \sqrt{\frac{894,69}{(7 - 1)}} = 12,2113 \text{ kal/g}$$

Perhitungan persentase relative standard deviation

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{12,2113 \text{ kal/g}}{8.103,36 \text{ kal/g}} \times 100\% = 0,1507\%$$

Perhitungan KV Horwitz

$$KV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5\log C} = 2^{1-(0,5\log 8.103,36)} = 0,5161$$

## Reproduksibilitas

Pengulangan	Analisis 1	Analisis 2
	Nilai Kalori (kal/g)	Nilai Kalori (kal/g)
1	8.108,41	8.055,57
2	8.097,80	8.022,43
3	8.123,11	8.087,94
4	8.089,47	8.083,90
5	8.108,42	8.027,79
6	8.088,79	8.059,75
7	8.107,53	8.024,09

Analisis	Analisis 1	Analisis 2
Rata-rata Nilai Kalori (kal/g)	8.103,36	8.051,64
Selisih Hasil (kal/g)		51,72



#### Lampiran 4. Perhitungan Penentuan Estimasi Ketidakpastian

##### Nilai Estimasi Ketidakpastian Masing-Masing Sumber Kesalahan

No	Ketidakpastian Asal	Nilai (x)	Satuan	$\mu(x)$	$\mu(x)/x$
1	Repeatabilitas	1	-	0,0006	0,0006
2	Kalibrasi bom kalorimeter	8.103,36	kal/g	2,5981	0,0003
	Ketidakpastian gabungan			5,51 kal/g	
	Ketidakpastian diperluas			11,02 kal/g	

Keterangan:

$\mu(x)$  = ketidakpastian baku

$\mu(x)/x$  = ketidakpastian standar relatif

#### 1. Perhitungan Ketidakpastian dari Sumber Kesalahan

Perhitungan ketidakpastian dari repeatabilitas

$$\mu = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{0,001507}{\sqrt{7}} = 0,0006$$

Perhitungan ketidakpastian dari bom kalorimeter

$$\mu = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{5,1962 \text{ kal/g}}{\sqrt{4}} = 2,5981 \text{ kal/g}$$

#### 2. Perhitungan Ketidakpastian Gabungan

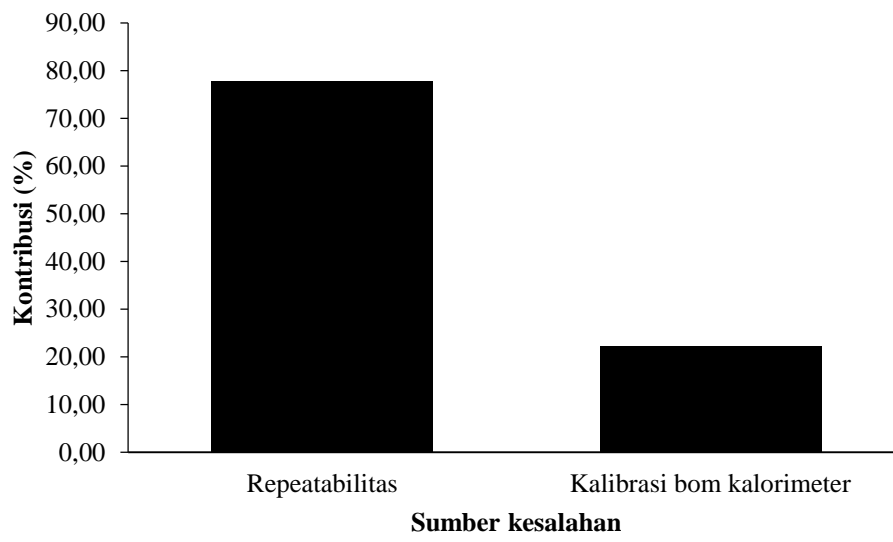
$$\begin{aligned} \mu_G &= \text{nilai kalori} \times \sqrt{\left(\frac{\mu(\text{repeatabilitas})}{\text{repeatabilitas}}\right)^2 + \left(\frac{\mu(\text{bom kalorimeter})}{\text{nilai kalori}}\right)^2} \\ &= 8.103,36 \text{ kal/g} \times \sqrt{\left(\frac{0,0006}{1}\right)^2 + \left(\frac{2,5981 \text{ kal/g}}{8.103,36 \text{ kal/g}}\right)^2} \\ &= 8.103,36 \text{ kal/g} \times \sqrt{(3,6 \times 10^{-7}) + (1,0 \times 10^{-7})} \\ &= 8.103,36 \text{ kal/g} \times \sqrt{4,6 \times 10^{-7}} \\ &= 5,51 \text{ kal/g} \end{aligned}$$

#### 3. Perhitungan Ketidakpastian Diperluas

$$\begin{aligned} \mu_U &= k \times \mu_G \\ &= 2 \times 5,51 \text{ kal/g} \\ &= 11,02 \text{ kal/g} \end{aligned}$$

#### Penyumbang Ketidakpastian Terbesar

No	Ketidakpastian Asal	Nilai (x)	Satuan	$\mu(x)$	$\mu(x)/x$	Kontribusi (%)
1	Repeatabilitas	1	-	0,0006	0,0006	77,79
2	Kalibrasi bom kalorimeter	8.103,36	kal/g	2,5981	0,0003	22,21



## Lampiran 5. Daftar Sertifikat Kalibrasi Alat dan Bahan Hasil Uji Profisiensi



LAPORAN AKHIR UJI PROFISIENSI KAN XX / 2017

Lampiran A.4.1 : Tabel Hasil Uji Profisiensi

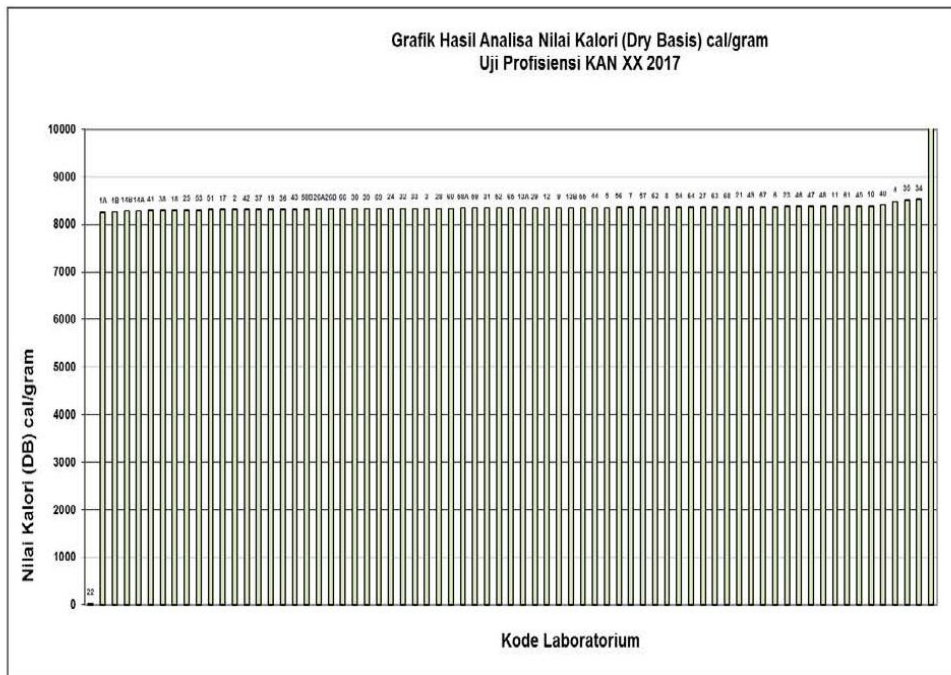
KOMITE AKREDITASI NASIONAL  
PROGRAM UJI PROFISIENSI KAN XX/2017  
BATUBARA  
PARAMETER : Nilai Kalori (Cal/g)

No.	Kode Laboratorium	Hasil Uji (Cal/g)	Expanded Uncertainty (U95%)	Metode Uji	Tanggal Pengujian
1	BB 1A	8256	0.1048	ASTM D5865	22/05/2017
	BB 1B	8264	0.1048	ISO 1928:2009	
2	BB 2	8310.56	48	ASTM D5865-13	23/05/2017
3	BB 3	8339	53	ASTM D5865	15/06/2017
4	BB 4	8484	23.36	ASTM D5865-13	02/06/2017
5	BB 5	8356.00	13	ASTM D5865-13	22-29/5/2017
6	BB 6	8373.00	34	ASTM D5865-13	23/05/2017
7	BB 7	8359	25	ASTM D5865-13	22/05/2017
8	BB 8	8363	33.00	ASTM D5865-13	22/05/2017
9	BB 9	8347	-	BS ISO 1928:2009	24/05/2017
10	BB 10	8385	-	BS ISO 1928:2009	19/05/2017
11	BB 11	8380	-	BS ISO 1928:2009	22/05/2017
12	BB 12	8344	21	BS ISO 1928:2009	22/05/2017
13	BB 13A	8343	50	ASTM D5865	24/05/2017
	BB 13B	8347	50	ISO 1928:2009	
14	BB 14A	8285	19	ASTM D5865	20/06/2017
	BB 14B	8279	19	ISO 1928:2009	
15	BB 15	-	-	-	-
16	BB 16	34326	-	ASTM D5865-13	09/06/2017
17	BB 17	8309	15	ASTM D5865-13	22/05/2017
18	BB 18	8301	14	ASTM D5865-13	21/05/2017
19	BB 19	8318	8.12	ASTM D5865-13	23/05/2017
20	BB 20	-	-	-	-
21	BB 21	8368	9	ASTM D5865-13	-
22	BB 22	35.04	-	ASTM D5865-102-10	-
23	BB 23	8376	9	ASTM D5865-13	30/05/2017
24	BB 24	8337	9.4	ISO 1928:2009	24/05/2017
25	BB 25	8305	4	ASTM D5865-13	02/06/2017
26	BB 26A	8328	24	ASTM D5865-13	22/05/2017
	BB 26B	8328	24	ISO 1928:2009	
27	BB 27	8364	-	ASTM D5865-13	25/05/2017
28	BB 28	8340	19.11	BS ISO 1928:2009	26/05/2017
29	BB 29	8343	12	BS ISO 1928:2009	27/05/2017
30	BB 30	8332	18.12	BS ISO 1928:2009	01/06/2017
31	BB 31	8342	12	BS ISO 1928:2009	20/05/2017
32	BB 32	8338	19	BS ISO 1928:2009	27/05/2017
33	BB 33	8338	-	ASTM D5865-13	24/05/2017
34	BB 34	8524	10	BS ISO 1928:2009	01/06/2017
35	BB 35	8516	20	BS ISO 1928:2009	07/06/2017
36	BB 36	8318	68	BS ISO 1928:2009	30/05/2017
37	BB 37	8315.33	11.66	ASTM D5865-13	09/06/2017

No.	Kode Laboratorium	Hasil Uji (Cal/g)	Expanded Uncertainty (U95%)	Metode Uji	Tanggal Pengujian
38	BB 38	8295.1	33.86	ASTM D5865-13	30/5/2017-9/6/2017
39	BB 39	8333	-	ASTM D5865-13	29/05/2017
40	BB 40	8414	-	ASTM D5865-13	22/05/2017
41	BB 41	8295	35	BS ISO 1928:2009	14/06/2017
42	BB 42	8314	26	ASTM D5865-13	-
43	BB 43	8322	29	ASTM D5865-13	26/05/2017
44	BB 44	8352	15	ASTM D5865-13	24/05/2017
45	BB 45	8383	14.46	ASTM D5865-13	20 & 22/05/2017
46	BB 46	8378	15.69	ASTM D5865-13	26/05/2017
47	BB 47	8378	11.12	ASTM D5865-13	23/05/2017
48	BB 48	8379	13.59	ASTM D5865-13	24-27/05/2017
49	BB 49	8371	-	ASTM D5865-13	18/06/2017
50	BB 50	-	-	-	-
51	BB 51	8308	54	ASTM D5865-13	29/5/2017
52	BB 52	8342	63	ASTM D5865-13	23/05/2017
53	BB 53	8305.74	222.023	BS ISO 1928:2009	02/06/2017
54	BB 54	8363	-	ASTM D5865-13	24/05/2017
55	BB 55	8350	-	ASTM D5865-13	23/05/2017
56	BB 56	8357	-	ASTM D5865-13	25-26/05/2017
57	BB 57	8360	-	BS ISO 1928:2009	18/06/2017
58	BB 58A	8341	-	ASTM D5865-13	15/06/2017
	BB 58B	8323	-	ISO 1928:2009	
59	BB 59	8341	15.44	BS ISO 1928:2009	31/5/2017
60	BB 60	8340	19.11	BS ISO 1928:2009	25/05/2017
61	BB 61	8381	12	BS ISO 1928:2009	06/06/2017
62	BB 62	8360	11.38	BS ISO 1928:2009	22/05/2017
63	BB 63	8367	22	BS ISO 1928:2009	24/05/2017
64	BB 64	8363.36	1.01	ASTM D5865-13	22/05/2017
65	BB 65	8342	59	ASTM D5865-13	27/05/2017
66	BB 66	8329	57	ASTM D5865-13	23/05/2017
67	BB 67	8371	9.94	ASTM D5865-13	24/05/2017
68	BB 68	8367	31.67	BS ISO 1928:2009	07/06/2017
69	BB 69	8333	12.3	ASTM D5865-13	29-30/05/2017

Lampiran A.4.2 : Grafik Hasil Uji Profisiensi

KOMITE AKREDITASI NASIONAL  
PROGRAM UJI PROFISIENSI KAN XX/2017  
BATUBARA  
PARAMETER : Nilai Kalori (Cal/g)



Lampiran A.4.3 : Hasil Perhitungan Z-Score

KOMITE AKREDITASI NASIONAL  
PROGRAM UJI PROFISIENSI KAN XX/2017  
BATUBARA  
PARAMETER : Nilai Kalori (Cal/g)

No.	Kode Laboratorium	Hasil Uji (Cal/g)	Z Score	
1	BB 1A	8256	-2.76	\$
	BB 1B	8264	-2.51	\$
2	BB 2	8310.56	-1.05	
3	BB 3	8339	-0.16	
4	BB 4	8484	4.38	\$\$
5	BB 5	8356.00	0.37	
6	BB 6	8373.00	0.90	
7	BB 7	8359	0.47	
8	BB 8	8363	0.59	
9	BB 9	8347	0.09	
10	BB 10	8385	1.28	
11	BB 11	8380	1.12	
12	BB 12	8344	0.00	
13	BB 13A	8343	-0.03	
	BB 13B	8347	0.09	
14	BB 14A	8285	-1.85	
	BB 14B	8279	-2.04	\$
15	BB 16	34326	-	\$\$\$
16	BB 17	8309	-1.10	
17	BB 18	8301	-1.35	
18	BB 19	8318	-0.82	
19	BB 21	8368	0.75	
20	BB 22	35.04	-	\$\$\$
21	BB 23	8376	1.00	
22	BB 24	8337	-0.22	
23	BB 25	8305	-1.22	
24	BB 26A	8328	-0.50	
	BB 26B	8328	-0.50	
25	BB 27	8364	0.62	
26	BB 28	8340	-0.13	
27	BB 29	8343	-0.03	
28	BB 30	8332	-0.38	
29	BB 31	8342	-0.07	
30	BB 32	8338	-0.19	
31	BB 33	8338	-0.19	
32	BB 34	8524	5.63	\$\$

No.	Kode Laboratorium	Hasil Uji (Cal/g)	Z Score	
33	BB 35	8516	5.38	\$\$
34	BB 36	8318	-0.82	
35	BB 37	8315.33	-0.90	
36	BB 38	8295.1	-1.53	
37	BB 39	8333	-0.35	
38	BB 40	8414	2.19	\$
39	BB 41	8295	-1.54	
40	BB 42	8314	-0.94	
41	BB 43	8322	-0.69	
42	BB 44	8352	0.25	
43	BB 45	8383	1.22	
44	BB 46	8378	1.06	
45	BB 47	8378	1.06	
46	BB 48	8379	1.09	
47	BB 49	8371	0.84	
48	BB 51	8308	-1.13	
49	BB 52	8342	-0.07	
50	BB 53	8305.74	-1.20	
51	BB 54	8363	0.59	
52	BB 55	8350	0.18	
53	BB 56	8357	0.40	
54	BB 57	8360	0.50	
55	BB 58A	8341	-0.10	
	BB 58B	8323	-0.66	
56	BB 59	8341	-0.10	
57	BB 60	8340	-0.13	
58	BB 61	8381	1.15	
59	BB 62	8360	0.50	
60	BB 63	8367	0.72	
61	BB 64	8363.36	0.60	
62	BB 65	8342	-0.07	
63	BB 66	8329	-0.47	
64	BB 67	8371	0.84	
65	BB 68	8367	0.72	
66	BB 69	8333	-0.35	

Jumlah Peserta	66
Nilai Minimum	35.04
Nilai Maksimum	34326.00
Algoritma Mean	8344.12
Algoritma SD	31.96
CV Robust (%)	0.38
SD Horwitz	-

**Keterangan :**

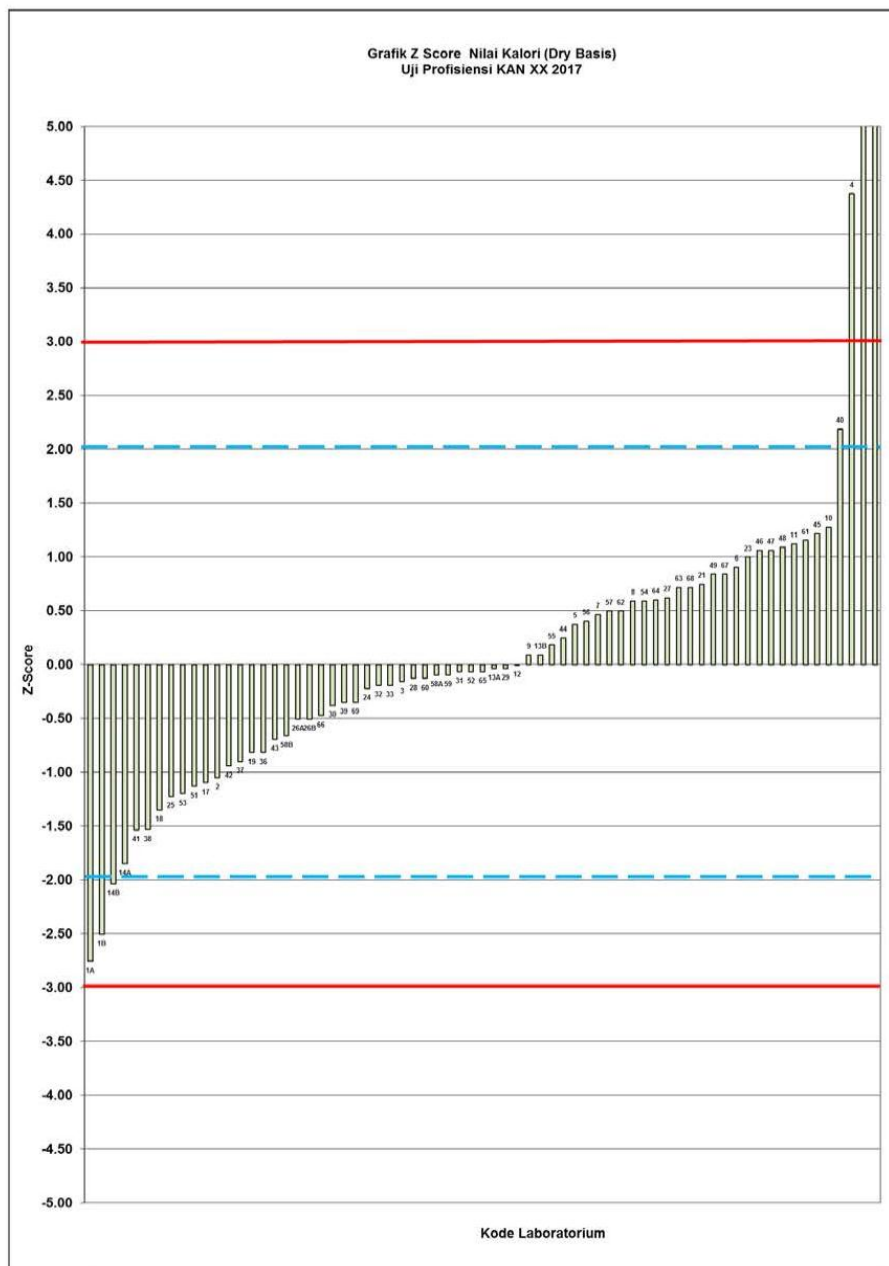
\$ : Kategori Diperingatkan

\$\$ : Kategori *Outlier*

\$\$\$ : Kategori *Outlier by Expert Adjustment*

Lampiran A.3.4 : Grafik Z-Score

KOMITE AKREDITASI NASIONAL  
 PROGRAM UJI PROFISIENSI KAN XX/2017  
 BATUBARA  
 PARAMETER : Nilai Kalori (Cal/g)





## Sertifikat Kalibrasi Oven



DIREKTORAT JENDERAL PERLINDUNGAN KONSUMEN DAN TERTIB NIAGA  
*Directorate General of Consumer Protection and Trade Order*  
DIREKTORAT STANDARDISASI DAN PENGENDALIAN MUTU  
*Directorate of Standardization and Quality Control*  
**BALAI KALIBRASI**  
*Calibration Laboratory*  
Jl. Raya Bogor Km. 26 Ciracas - Jakarta Timur 13740  
Telp : (021) 8703960, 8710321-3 Fax. : (021) 8702781

### SERTIFIKAT KALIBRASI CALIBRATION CERTIFICATE

Hal 1 dari 2  
Page 1 of 2

Nomor Seri : 17.06959A



#### IDENTITAS ALAT

##### *Instrument Identity*

Nama : OVEN  
*Name*  
Merk Pabrik : MEMMERT  
*Manufacturer*  
Tipe / Nomor Seri : UNE 500 / Fnr. C512.0305  
*Type / Serial Number*  
Kapasitas / Ketelitian : Kapasitas : 250 °C  
*Capacity / Resolution* Ketelitian : 0.1 °C

#### IDENTITAS PEMILIK

##### *Owner Identity*

Nama : BALAI PENGUJIAN DAN IDENTIFIKASI BARANG TIPE A  
*Name* JAKARTA  
  
Alamat : JL. LETNAN JENDERAL SUPRAPTO NO. 66 JAKARTA 10520  
*Address*

#### IDENTITAS STANDAR

##### *Reference Identity*

Nama : DIGITAL THERMOMETER  
*Name*  
Ketertelusuran : KIM LIPI  
*Traceability*

Diterbitkan Tanggal : 16 Agustus 2017  
*Date of Issue*

**Kepala Balai Kalibrasi**  
*Head of Calibration Laboratory*



*Andi Ampa*  
**Dra. Andi Ampa**

NIP. 19610502 198903 2 001

**DIREKTORAT JENDERAL PERLINDUNGAN KONSUMEN DAN TERTIB NIAGA**  
*Directorate General of Consumer Protection and Trade Order*  
**DIREKTORAT STANDARDISASI DAN PENGENDALIAN MUTU**  
*Directorate of Standardization and Quality Control*  
**BALAI KALIBRASI**  
*Calibration Laboratory*

**No. Seri: 17.06959 A**

Hal 2 dari 2

NAMA ALAT : OVEN  
 TEMPAT KALIBRASI : BALAI PENGUJIAN DAN IDENTIFIKASI BARANG TIPE A JAKARTA  
 TANGGAL KALIBRASI : 13 JULI 2017  
 PETUGAS KALIBRASI : JUANDA  
 SUHU RUANGAN :  $28.4 \pm 0.3$  °C  
 KELEMBABAN :  $47.3 \pm 1.2$  %RH

**HASIL KALIBRASI**

SETTING ALAT (°C)	PEMBACAAN INDIKATOR (°C)		PEMBACAAN TERMOMETER STANDAR (°C) PADA POSISI								
			1	2	3	4	5	6	7	8	9
105.0	105.0	MAX	105.6	105.7	105.4	105.6	105.3	105.4	105.2	105.3	105.6
		MIN	105.0	105.3	104.9	105.0	104.8	105.0	104.8	105.0	105.1
120.0	120.0	MAX	119.1	118.9	118.8	119.2	118.8	119.0	119.4	119.5	119.4
		MIN	118.8	118.6	118.6	118.9	118.6	118.7	119.0	119.1	118.6

Keterangan : 1. kiri depan atas      4. kanan belakang atas      7. kanan depan bawah  
 2. kiri belakang atas      5. kiri depan bawah      8. kanan belakang bawah  
 3. kanan depan atas      6. kiri belakang bawah      9. posisi tengah

KARAKTERISTIK	PADA SETTING :	
	105.0 °C	120.0 °C
FLUKTUASI MAKS, °C	0.6	0.8
VARIASI MAKS, °C	0.9	0.9
KETIDAKPASTIAN, ( $U_{95}$ ) ± °C	0.70	0.75
FAKTOR k	1.978	1.976

*Alat tersebut dikalibrasi dengan standar Digital Thermometer MV 100 / S5DB 08085, tertelusur ke KIM LIPI  
 Metode kalibrasi : IKS - 01 (ASTM E 145 - 99).*

Manajer Teknis:



## Kalibrasi Bom Kalorimeter

### C-values:

Calorimeter: BPIB Calorimeter (Dynamic 25°C | COM9)  
Vessel: C5010 (ID: 100056043 | Dynamic 25°C)  
Measure mode: Dynamic 30°C

Sample name	Start Date	Result C-Value
BENZOIC ACID C273_0	10/9/2017 11:24:22 AM	10783
BENZOIC ACID C273	10/9/2017 11:43:55 AM	10792
BENZOIC ACID C273	10/9/2017 12:02:31 PM	10795
BENZOIC ACID C273	10/9/2017 12:20:39 PM	10788

Selected: 4  
Average: 10790  
RSD: 0.05  
Max Variance [%]: 0.11  
Warning limit: 10.79  
Current  $\sigma$  [%]: 0.1

