

**ESTIMASI KETIDAKPASTIAN
KOLOM PENENTUAN KANDUNGAN CaO
PADA SEMEN DENGAN METODE GRAVIMETRIK**

Daftar isi:

1. Judul
2. Acuan
3. Prosedur Pengukuran
4. Besaran ukur
5. Identifikasi dan Kuantifikasi Sumber-sumber Ketidakpastian
6. Perhitungan Ketidakpastian Standar Kombinasi
7. Ketidakpastian Diperluas
8. Kontribusi Ketidakpastian dalam penentuan kanduangan CaO pada semen dengan Metode Gravimetrik

1. Judul

Estimasi Ketidakpastian dalam penentuan kandungan CaO pada semen dengan metode gravimetrik.

2. Acuan

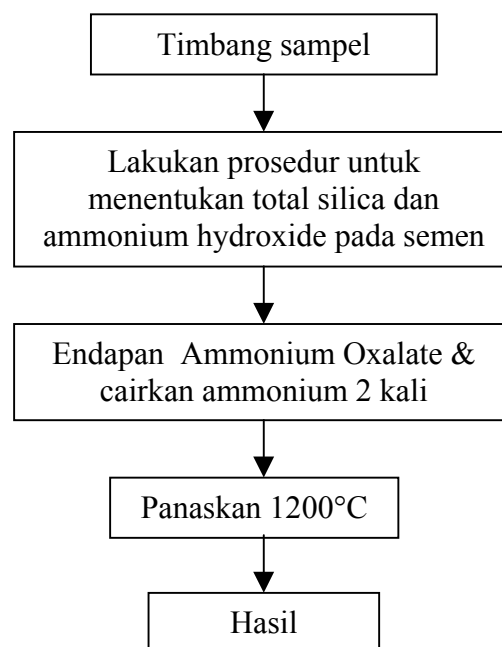
Prosedur ini pada prinsipnya berdasarkan Eurachem/Citac Pedoman Kuantifikasi Ketidakpastian pada Pengukuran Analitik (Edisi Kedua).

3. Prosedur Pengukuran

3.1 Kandungan CaO pada semen ditentukan berdasarkan prinsip pengendapan Ca menggunakan Ammonium Oxalate kemudian dipanaskan pada 1200° C.

3.2 Perbedaan tingkatan untuk menentukan jumlah kandungan CaO pada semen dibuatkan diagram alir.

Ilustrasi Diagram Alir tingkatan untuk menentukan Calcium Oxide (CaO) pada semen.

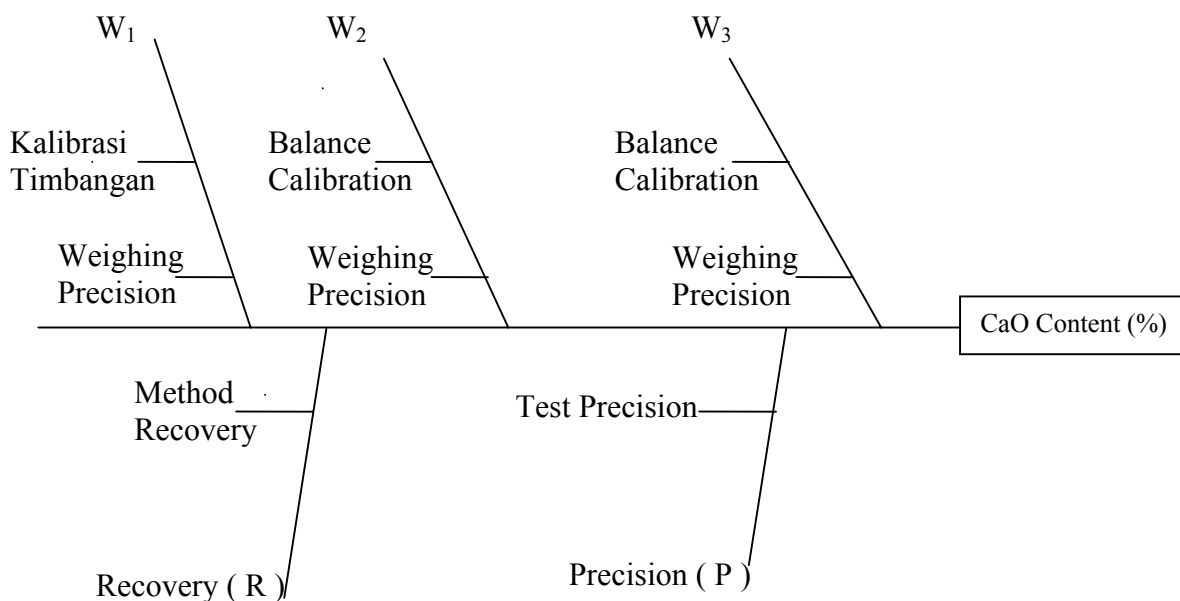
**4. Besaran Ukuran**

4.1 Hitung kandungan mercury pada sampel kering dengan rumus berikut :

$$C_aO \% = \frac{W_3 - W_2}{W_1} \times 100$$

Dimana :
W₁ : Berat sample (g)
W₂ : Berat wadah (g)
W₃ : Berat endapan dan wadah setelah pemanasan

Persamaan untuk besaran ukur diatas digunakan sebagai dasar diagram sebab dan akibat.



5. Identifikasi dan Kuantifikasi Sumber-sumber Ketidakpastian

5.1 Kuantifikasi perbedaan komponen-komponen ketidakpastian menggunakan data dari langkah langkah utama berikut dari pengembangan in-house dan pengkajian validasi :

1. Estimasi yang paling layak dari keseluruhan variasi tiap langkah (presisi) dari Prosesi analisis;
2. Estimasi yang paling mungkin dari recovery dan ketidakpastiannya;
3. Timbang sampel, wadah dan endapan.

5.2 Data percobaan

5.2.1 Penentuan kandungan CaO pada sampel semen dengan metode gravimetrik

- 1 g hingga mendekati 0.0001g sampel semen diambil.
- Sertifikat Kalibrasi timbangan menyatakan ketidakpastian $\pm 0.0003g$ dengan tingkat kepercayaan kurang dari 95%.
- Nilai sertifikat dan standar deviasi dari CaO dalam CRM03201 masing-masing adalah 62.34% dan 0.13%.

5.3 Recovery study

5.3.1 Hasil analisa Recovery pada CRM 03201a

Tabel 1 : Recovery pada CRM 03201a

Jumlah Percobaan	Kandungan CaO (%)
1	62.20
2	62.28
3	62.32
4	62.36
5	62.30
6	62.24

Jumlah Percobaan	Kandungan CaO (%)
7	62.40
8	62.31
9	62.31
Standar deviasi sampel	0.065
Relatif standar deviasi	0.0010
Standar deviasi dari rata2 (ESDM)	0.0217

5.3.2 Recovery, R_m dihitung menggunakan

$$R_M = \frac{\overline{C_{obs}}}{C_{cert}} = \frac{6231}{6234} = 0.9995$$

5.3.3 Kontribusi yang terkait terhadap ketidakpastian pada faktor recovery :

- Ketidakpastian pada percobaan recovery replika $u(\overline{C_{obs}})$
- Ketidakpastian pada nilai sertifikat CRM $u(C_{cert})$

5.3.4 $u(\overline{C_{obs}})$ = standar deviasi dari rata-rata percobaan recovery replika = 0.021% $u(C_{cert}) = 0.13 \%$

Kedua ketidakpastian standar tersebut kemudian dikombinasikan dengan menggunakan rumus yang diberikan dalam R_m

$$\begin{aligned}
 U_{R_m} &= R_m \times \sqrt{\left(\frac{u(\overline{C_{obs}})}{\overline{C_{obs}}}\right)^2 + \left(\frac{u(C_{cert})}{C_{cert}}\right)^2} \\
 &= 0.9995 \times \sqrt{\left(\frac{0.0217}{62.31}\right)^2 + \left(\frac{0.13}{62.34}\right)^2} \\
 &= \mathbf{0.0021}
 \end{aligned}$$

Recovery terhadap metode dapat diestimasi sebesar 0.9995 dengan Ketidakpastian Standar 0.0021.

5.3.5 Untuk menentukan recovery tersebut berbeda signifikan dari 1, rasio $|1 - R_m| / u$ adalah dibandingkan dengan k, faktor cakupan yang digunakan dalam perhitungan ketidakpastian yang diperluas. Dalam banyak kasus, k diambil sama dengan 2 untuk tingkat kepercayaan 95%.

$$\text{Jadi } |1 - R_m| / u_{R_m} = \left| \frac{1 - 0.9995}{0.0021} \right| = 0.23 < 2$$

R_m dihitung dalam $u(R_m)$, tidak berbeda secara signifikan dari 1 dan tidak perlu koreksi.

Recovery sesuai yang dilakukan 1.0 dengan ketidakpastian $u[R_m]$

5.4 Presisi

5.4.1 Uji presisi data

Sampel ID	Kandungan CaO sampel (%)
QCS(CE)001/1	65.140
QCS(CE)001/2	65.400
QCS(CE)001/3	65.200
QCS(CE)001/4	65.420
QCS(CE)001/5	65.180
QCS(CE)001/6	65.300
QCS(CE)001/7	65.320

Nilai rata2(%) 65,280

Standard deviasi (%) 0.110

Jumlah sampel yang diukur 7

Relatif standar deviasi **0.0017**

5.5 Ketidakpastian berat sampel

5.5.1 Ketidakpastian karena timbangan yang diberikan dalam sertifikat ± 0.0004 g, dengan tingkat kepercayaan 95%.

Nilai tersebut di konversi dalam ketidakpastian standar dengan membagi 1,96 sehingga menjadi 0.204 mg.

5.5.2 Dari tabel berikut, penimbangan berulang 7 kali terhadap sampel 1,0002 g, standar deviasinya, $S = 0,000070$ (0,070 mg). Ini memberikan estimasi variabilitas run-to-run.

Data Timbangan Presisi : Pengulangan Penimbangan berat sampel 1,0000 g

Penimbangan ke -	Berat
1	1.0005
2	1.0004
3	1.0004
4	1.0006
5	1.0005
6	1.0005
7	1.0004
Rata2	1.00047
Standar deviasi	0.000070
RSD	0.000070

$$\text{Ketidakpastian berat sampel } u_w = \sqrt{0.20^2 + 0.070^2} = \mathbf{0.216 \text{ mg}}$$

5.6 Ketidakpastian berat wadah sampel

5.6.1 Ketidakpastian akibat kalibrasi timbangan diberikan dalam sertifikat kalibrasi ± 0.00004 g pada tingkat kepercayaan 95 %. Nilai tersebut dikonversi ke ketidakpastian standar dan membagi 1,96 sehingga menjadi 0.204 mg.

- 5.6.2** Dari tabel berikut, 7 kali pengulangan penimbangan wadah sampel standar deviasi $S = 0.000070$ (0.070mg) . Ini memberikan estimasi variabilitas run-to-run.

Penimbangan ke-	Berat
1	24.0301
2	24.0302
3	24.0302
4	24.0301
5	24.0300
6	24.0302
7	24.0301
Rata2	24.0313
Standar Deviasi	0.000070
RSD	0.000003

$$u_w = \sqrt{0.204^2 + 0.070^2} = \mathbf{0.216 \text{ mg}}$$

5.7 Ketidakpastian berat wadah sampel & CaO

- 5.7.1** Ketidakpastian akibat kalibrasi timbangan yang diberikan dalam sertifikat dan tingkat kepercayaan 95 %. Nilai yang diberikan tersebut dikonversi ke ketidakpastian standar dan membagi 1.96 menjadi 0.204 mg.

- 5.7.2** Dari tabel berikut, 7 kali pengulangan penimbangan wadah sampel dan endapan CaO standar deviasi $s=0.0001050$ (0.105). Ini memberikan estimasi variabilitas run-to-run.

Data Penimbangan presisi : Pengulangan penimbangan wadah sampel dan sampel

Penimbangan ke -	Berat
1	24.6550
2	24.6552
3	24.6550
4	24.6551
5	24.6549
6	24.6550
7	24.6552
Rata2	24.65506
Standar Deviasi	0.000105
RSD	0.000004

Ketidakpastian berat wadah sampel & endapan CaO

$$U_w = \sqrt{0.204^2 + 0.105^2} = \mathbf{0.229 \text{ mg}}$$

6. Perhitungan Seluruh Ketidakpastian Pengukuran Terhadap Metode

Konsentrasi CaO menggunakan rumus :

$$\text{CaO \%} = \frac{(W_3 - W_2)}{W_1} \times 100$$

Dari sini perhitungan hanya melibatkan perkalian dan pembagian, ketidakpastian Individu di kombinasikan sebagai standar deviasi relatif.

$$U_c = C \times \sqrt{\left(\frac{U_R}{R}\right)^2 + \left(\frac{U_p}{p}\right)^2 + \left(\frac{U_{w_1}}{w_1}\right)^2 + \left(\frac{U_{w_2}}{w_2}\right)^2 + \left(\frac{U_{w_3}}{w_3}\right)^2}$$

$$C \times \sqrt{\left(\frac{0.0021}{1}\right)^2 + \left(\frac{0.017}{1}\right)^2 + \left(\frac{0.000216}{1}\right)^2 + \left(\frac{0.000216}{24.0301}\right)^2 + \left(\frac{0.000220}{24.6651}\right)^2}$$

$$= C \times 0.0027$$

Ketidakpastian yang sesuai diberikan dalam tabel berikut (sebagai standar deviasi relatif).

Ringkasan kontribusi ketidakpastian pengukuran untuk analisis kandungan Hg dalam kontribusi ketidakpastian dalam RSD sedimen dengan penguapan dingin AAS		
Kontributor (R)	U_B	0.0021
Presisi	U_{Rm}	0.0017
Berat sampel (W_1)	U_{wi}	0.000216
Berat wadah (W_2)	U_{w2}	0.00000899
Berat wadah dan endapan (W_3)	U_{w3}	0.00000929

7. Ketidakpastian diperluas

Ketidakpastian Diperluas, U_c , didapat dengan mengalikan ketidakpastian standar dengan Faktor cakup (k) = 2.

$$U_c = 0.0027 \times 2 \times C = \mathbf{0.0054C (\%)}$$

Konsentrasi kandungan Hg adalah $C \pm 0.178$ (mg/kg), dimana ketidakpastian yang dilaporkan didasarkan atas ketidakpastian standar dikalikan dengan faktor cakup (k) = 2, dengan tingkat kepercayaan mendekati 96%.

8. Kontribusi ketidakpastian dalam penentuan kandungan CaO dalam semen dengan Metode Gravimetrik.

Dari nilai tabel berikut, Kontribusi parameter yang berbeda dapat ditunjukkan dalam figur berikut.

Kontribusi Kesembuhan dan Ketepatan adalah dua sumber unsur utama yang mendorong kearah total Ketidakpastian, dan Ketidakpastian berhubungan dengan berat, tidak mempunyai pengaruh terhadap keseluruhan ketidakpastian.

Kontribusi ketidakpastian dalam penentuan kandungan CaO pada semen dengan metode gravimetrik.

