

PENDEKATAN TOP-DOWN DALAM ESTIMASI KETIDAKPASTIAN PENGUKURAN SUHU LELEH DAN PERUBAHAN ENTALPI MENGGUNAKAN *DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY*

W. Warmiati*

*Program Studi Teknologi Pengolahan Karet dan Plastik, Politeknik ATK Yogyakarta
Jl. Prof. Dr. Wirdjono Prodjodikoro, Bantul, Yogyakarta, Jawa Tengah, Indonesia
Email: warmiati@atk.ac.id

ABSTRAK

Berdasarkan SNI ISO/IEC17025:2017, laboratorium harus menerapkan sejumlah prosedur untuk pengendalian mutu internal. Salah satu persyaratannya adalah evaluasi ketidakpastian pengukuran. Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi ketidakpastian pengukuran suhu leleh dan perubahan entalpi menggunakan alat *Differential Scanning Calorimetry* untuk mengestimasi tingkat ketidakpastian yang terkait dengan hasil pengukuran dan memahami sejauh mana hasil pengukuran merepresentasikan nilai sebenarnya dari suatu besaran. Penelitian ini dilakukan dengan pendekatan *top-down* menggunakan data intra-reproduksibilitas dengan bahan acuan standar kontrol *Reference Material Certificate* Indium Lot BD147. Estimasi ketidakpastian pengukuran dilakukan terhadap metode analisa penentuan suhu leleh dan perubahan entalpi menggunakan *differential scanning calorimetry* berdasarkan (ISO11357-3, 2018) tentang penentuan suhu dan perubahan entalpi peleburan dan kristalisasi. Berdasarkan parameter uji sesuai dengan ISO 11357-3 terhadap standar kontrol indium diperoleh hasil suhu leleh sebesar 156,55°C dengan besar ketidakpastian $\pm 0,71$ dan perubahan entalpi sebesar 28,42 J/g dengan besar ketidakpastian $\pm 1,31$ J/g pada tingkat kepercayaan 95%. Hasil ini dapat digunakan untuk memperkirakan rentang nilai benar pengukuran suhu leleh dan perubahan entalpi berada.

Kata kunci: Differential Scanning Calorimetry, ketidakpastian pengukuran, pendekatan top-down, suhu leleh, perubahan entalpi

ABSTRACT

Based on the National Standard of SNI ISO/IEC17025:2017, laboratories must implement several procedures for internal quality control. One of which is the evaluation of measurement uncertainty. This research aimed to evaluate the measurement uncertainty on the melting temperature and enthalpy changes using Differential Scanning Calorimetry to estimate the uncertainty associated with measurement results and understand to what extent the measurement results represent a true quantity value. A top-down approach with intra-reproducibility data using the *Reference Material Certificate* Indium Lot BD147 control standard material was applied. The analytical method for determining the melting temperature and enthalpy change using differential scanning calorimetry was carried out based on ISO 11357-3, 2018, regarding the determination of melting and crystallization temperatures and enthalpy changes. Based on the test parameters by ISO 11357-3 for the indium control standard, the melting temperature result was 156.55°C with an uncertainty of ± 0.71 , and the enthalpy change was 28.42 J/g with an uncertainty of ± 1.31 J/g at a 95% confidence level. These results can be used to estimate the true value range of the melting temperature and enthalpy change measurements.

Keywords: Differential Scanning Calorimetry, uncertainty, top-down approach, melting temperature, enthalpy change

PENDAHULUAN

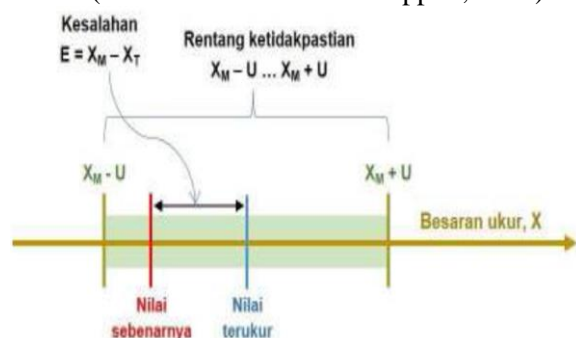
Differential scanning calorimetry (DSC) adalah teknik dimana perbedaan laju aliran panas ke wadah berisi sampel dan wadah referensi diturunkan sebagai fungsi suhu dan/atau waktu sementara spesimen dan referensi dikenai program suhu terkontrol yang sama pada

atmosfer tertentu menggunakan sistem pengukuran simetris (ISO 11357-1, 2016). *Differential scanning calorimetry* (DSC) merupakan representasi dari metode analisis termal modern, dapat dengan akurat dan cepat menganalisis sifat-sifat termodinamika dari sampel, karena operasinya yang sederhana tanpa perlu menambahkan zat standar internal atau

eksternal (Zhu et al., 2022). DSC dapat digunakan untuk mengetahui berbagai suhu karakteristik, kapasitas kalor, suhu peleburan, pengkristalan, kalor peleburan, serta berbagai parameter termal dari reaksi kimia, dapat ditentukan pada laju pemanasan atau pendinginan yang konstan. (Menczel & Prime, 2009), selain itu DSC juga dapat digunakan untuk mempelajari fenomena kestabilan panas endotermik atau eksotermik bahan bakar dan interaksi bahan bakar dengan matriknya (Ginting et al., 2005).

Dalam (SNI ISO/IEC17025:2017, 2018) diuraikan bahwa laboratorium harus menerapkan sejumlah prosedur untuk pengendalian mutu internal. Salah satu persyaratan proses pada ISO/IEC 17025:2017 adalah evaluasi ketidakpastian pengukuran, estimasi harus dilakukan berdasarkan pemahaman prinsip-prinsip teoritis atau pengalaman praktis dari kinerja metode tersebut.

Definisi ketidakpastian pengukuran adalah Parameter yang terkait dengan hasil pengukuran, yang menggambarkan dispersi dari nilai-nilai yang secara wajar dapat didistribusikan pada besaran yang diukur (EURACHEM/CITAC, 2012). Sedangkan menurut (JCGM, 2012) ketidakpastian pengukuran adalah parameter non-negatif yang menggambarkan penyebaran nilai-nilai kuantitas yang diberikan kepada suatu pengukuran, berdasarkan informasi yang digunakan. Setiap pengukuran yang dilakukan menggunakan peralatan atau instrumen tertentu memiliki keterbatasan dan ketidakpastian yang harus diakui dan dipertimbangkan secara cermat agar hasilnya dapat diinterpretasikan secara akurat (ISO/IEC GUIDE 98-3/Suppl.1, 2008).



Gambar 1. Visualisasi nilai terukur dan ketidakpastiannya
(Sumber: ISO 17025:2017)

Ketidakpastian adalah bagian yang tak terpisahkan dari semua jenis pengukuran, artinya dalam metrologi, pengukuran tanpa ketidakpastian tidak mungkin dilakukan.

Perhitungan ketidakpastian meningkatkan kesadaran akan kepastian hasil pengukuran (Coskun et al., 2019). Estimasi ketidakpastian merupakan indikator yang dapat digunakan untuk menentukan kehandalan suatu laboratorium pengujian atau kalibrasi. Ketidakpastian menunjukkan bahwa laboratorium tersebut sudah memperhitungkan faktor kesalahan dalam penentuan nilai benar (*true value*) (Rohani et al., 2021). Penilaian ketidakpastian dapat terkait dengan kesalahan sistematis, karena penyesuaian yang dihasilkan dari penerapan metode tertentu pada bahan standar bersertifikat (yang nilai nominalnya diterima sebagai nilai sebenarnya) memiliki tingkat dispersi tertentu. Penilaian ini lebih menyangkut dispersi kesalahan acak yang terjadi saat pengujian ulang dilakukan pada sampel yang sama, dan mempertimbangkan semua faktor yang dapat mempengaruhinya. Ketidakpastian bukanlah perbedaan antara nilai yang diukur dengan nilai sebenarnya (yang selalu tidak diketahui), melainkan merupakan kisaran perkiraan yang mencakup semua hasil yang mungkin dari pengukuran - termasuk nilai sebenarnya - dengan tingkat kepercayaan yang telah dipilih. (Zilli et al., 2013). Ketidakpastian dalam pengukuran tidak secara langsung menunjukkan ketidakpercayaan terhadap validitas pengukuran. Sebaliknya, pemahaman tentang ketidakpastian justru memperkuat keyakinan akan keabsahan hasil pengukuran yang dimaksudkan (SNI ISO/IEC17025:2017, 2018).

Ketidakpastian pengukuran dapat diestimasi melalui dua pendekatan yang berbeda yaitu Pendekatan *top-down* dan *bottom-up*. Pendekatan *bottom-up* didasarkan pada analisis yang hati-hati dan komprehensif terhadap pengukuran di mana setiap sumber potensial ketidakpastian diidentifikasi dan dikuantifikasi. Besarnya kontribusi ketidakpastian dari masing-masing sumber dapat diestimasi melalui analisis statistik dari nilai kuantitas yang diukur, seperti literatur, spesifikasi peralatan, dan produk, pendekatan ini sering disebut sebagai pendekatan GUM (Kallner et al., 2012), sedangkan pada penelitian ini pendekatan yang digunakan adalah pendekatan *top-down*, pendekatan ini dapat digunakan jika memiliki standar CRM/SRM ataupun standar yang berasal dari uji profisiensi. Pendekatan *top-down* secara langsung memperkirakan ketidakpastian pengukuran dari setiap nilai yang diukur, biasanya dengan mengevaluasi data kontrol kualitas (QC) atau

data percobaan verifikasi metode (Lee et al., 2014).

Penelitian tentang pengukuran ketidakpastian peralatan DSC telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya dengan parameter dan pendekatan ketidakpastian yang berbeda. Ginting et al, (2005) meneliti pengukuran ketidakpastian kapasitas panas menggunakan DSC dengan menggunakan pendekatan *bottom-up* dengan hasil sampel Al mempunyai kapasitas panas sebesar $0,65 \text{ J/g}^\circ\text{C}$ hingga $1,11 \text{ J/g}^\circ\text{C}$ dengan besar ketidakpastian pengukuran $0,00642 \text{ J/g}^\circ\text{C}$ dan kapasitas panas Zn sebesar $0,4 \text{ J/g}^\circ\text{C}$ hingga $0,71 \text{ J/g}^\circ\text{C}$ dengan besar ketidakpastian pengukuran $0,0266 \text{ J/g}^\circ\text{C}$. Berdasarkan uraian tersebut, pengukuran ketidakpastian DSC pada suhu leleh dan perubahan entalpi menggunakan pendekatan *top-down* belum pernah dilakukan oleh penelitian sebelumnya.

Tujuan dari estimasi ketidakpastian pengukuran adalah untuk mengestimasi tingkat ketidakpastian yang terkait dengan hasil pengukuran serta memahami sejauh mana hasil pengukuran merepresentasikan nilai sebenarnya dari suatu besaran. Estimasi ketidakpastian pengukuran suhu leleh dan perubahan entalpi menggunakan alat *Differential Scanning Calorimetry* mengacu pada ISO 11357-3:2018 tentang penentuan suhu dan perubahan entalpi peleburan dan kristalisasi.

MATERI DAN METODE

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Differential Scanning Calorimeter* (Perkin Elmer DSC 4000), Neraca Analitik, *Chiller*, *Crimper*, Gunting dan Pinset.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Standard alum pans & covers, standar *Reference Material Certificate* indium dengan nomor lot BD147 dan gas Nitrogen UHP.



Gambar 2. *Differential Scanning Calorimetry*

Prosedur

Persiapan Alat DSC

Gas nitrogen dialirkan dengan laju alir $19,8 \text{ ml/menit}$, kemudian alat dsc dan komputer dinyalakan, ditunggu selama 30 menit setelah itu *chiller* dinyalakan dan diatur pada suhu $\pm 20^\circ\text{C}$.

Pengoperasian Peralatan

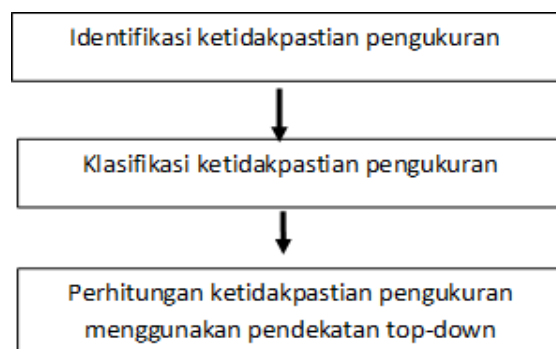
Standar indium ditimbang pada kisaran 5-10 mg kemudian dimasukkan kedalam alat DSC beserta referensi (pan kosong) yang telah dipress untuk dianalisis dengan laju kenaikan suhu 10°C/menit dengan suhu 100°C hingga 180°C . Metode penelitian ini mengacu pada ISO 11357-3:2018 tentang penentuan suhu dan perubahan entalpi peleburan/leleh dan kristalisasi.



Gambar 3. Diagram Alir Pengujian DSC

Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Perhitungan estimasi ketidakpastian menggunakan data percobaan verifikasi metode yang telah dilakukan yaitu data reproduibilitas. Penelitian ini menggunakan pendekatan top-down dengan standar acuan yaitu standar kontrol *Reference Material Certificate* Indium dengan nomor lot BD147.



Gambar 4. Diagram Alir Ketidakpastian Pengukuran

HASIL DAN PEMBAHASAN

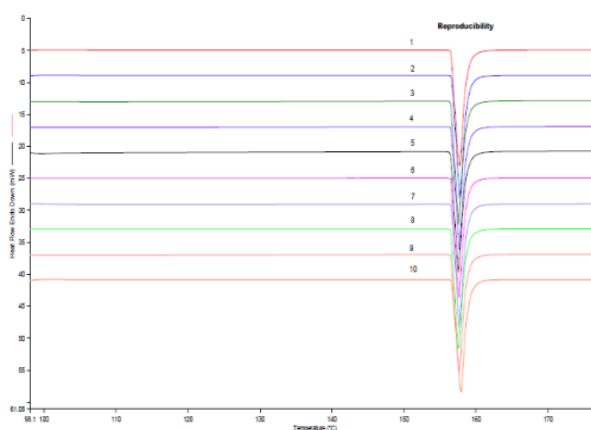
Ketidakpastian pengukuran adalah istilah yang digunakan untuk menggambarkan seberapa beragamnya hasil pengukuran yang diberikan pada suatu besaran, berdasarkan data yang digunakan. Cara yang paling praktis untuk menghitung ketidakpastian pengukuran adalah dengan menggunakan data Kontrol Kualitas Internal ataupun data verifikasi metode (reproduksibilitas). Ketidakpastian pengukuran ini tergantung pada data yang digunakan untuk perhitungannya, sehingga bisa menghasilkan perkiraan ketidakpastian pengukuran yang berbeda-beda. Salah satu masalah utama adalah bagaimana mengatasi bias. Bias sulit dideteksi dan diukur, dan seharusnya hanya dikoreksi dengan memasukkan ketidakpastian yang muncul akibat koreksi tersebut (Ceriotti, 2018).

Penelitian estimasi ketidakpastian pengukuran ini menggunakan pendekatan top-down. Istilah pendekatan top-down mengacu pada prinsip umum penggunaan data reproduksibilitas dalam evaluasi ketidakpastian (ISO 21748, 2017). Pendekatan top-down adalah cara untuk menentukan ketidakpastian pengukuran yang lebih praktis dan ekonomis, yang dapat diperbarui ketika data tambahan tersedia melalui hasil dari pengendalian kualitas internal yang dilakukan secara rutin dan uji banding (Martinello et al, 2020). Syarat utama untuk dapat menggunakan pendekatan *top-down* adalah laboratorium harus memiliki standar acuan seperti CRM, SRM ataupun standar yang berasal dari uji profesiensi.

Pada pendekatan *top-down* untuk mendapatkan ketidakpastian gabungan harus menentukan dua sumber ketidakpastian yaitu ketidakpastian asal imprecision intermediate (menggunakan data kontrol kualitas internal jangka Panjang) dan ketidakpastian asal bias laboratorium (*uBias*). Ketidakpastian imprecision intermediate dapat menggunakan data kontrol kualitas internal jangka Panjang ataupun data reproduksibilitas (pada penelitian ini data yang digunakan merupakan data reproduksibilitas (*uR*) dan ketidakpastian bias menggunakan bahan referensi bersertifikat. Selanjutnya, menggabungkannya bersama dengan ketidakpastian yang terkait dengan nilai-nilai yang ditetapkan untuk mendapatkan ketidakpastian gabungan dan akhirnya menghitung ketidakpastian yang diperluas (Rigo-Bonnin et al., 2018). Kedua sumber ketidakpastian ini sudah mencakup pengaruh dari

kalibrasi alat, personal, lingkungan, quality control, preparasi (penimbangan, pemipetan, pengenceran dan faktor lainnya).

Pada penelitian ini data yang digunakan merupakan data percobaan verifikasi metode (intra-reproduksibilitas) dengan 10 kali percobaan menggunakan standar kontrol uji *Reference Material Certificate* Indium dengan nomor lot BD147 dengan interval waktu



Gambar 5. Thermogram Hasil Pengujian DSC

Ketidakpastian Asal Reproduksibilitas (*uRw*)

Untuk menghitung ketidakpastian asal reproduksibilitas pada penelitian ini menggunakan data dari percobaan verifikasi yaitu pada uji reproduksibilitas menggunakan waktu dengan interval panjang.

Berdasarkan hasil dari Grafik 1 diperoleh data nilai suhu leleh dan perubahan entalpi sebagai berikut:

Tabel 1. Data Hasil Reproduksibilitas

No	Sampel	Hasil	
		Suhu Leleh	Perubahan Entalpi
1	Rep indium 1	156,64	28,70
2	Rep indium 2	156,51	28,13
3	Rep indium 3	156,55	28,50
4	Rep indium 4	156,45	28,27
5	Rep indium 5	156,54	28,30
6	Rep indium 6	156,60	28,26
7	Rep indium 7	156,50	28,43
8	Rep indium 8	156,58	28,38
9	Rep indium 9	156,63	28,60
10	Rep indium 10	156,53	28,57
Nilai Acuan		156,60	28,45
Rata-rata		156,55	28,42
SD		0,06	0,18
RSD(%)		0,04	0,63

Untuk menghitung ketidakpastian asal reproduisibilitas digunakan persamaan :

$$uRw = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (1)$$

Keterangan :

U(Rw) : Ketidakpastian asal reproduisibilitas
SD : Simpangan baku pengukuran standar
 \bar{x} : Rata-rata pengukuran standar

Nilai rata-rata merupakan nilai rata-rata dari jumlah (n) pengamatan berulang, dan simpangan baku/standar deviasi menggambarkan sebaran nilai yang dapat digunakan untuk mewakili seluruh populasi nilai terukur.

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad (2)$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (3)$$

Keterangan:

SD : Simpangan baku data pengukuran
N : Jumlah data
 \bar{x} : Nilai mean rata-rata
Xi : Nilai data di urutan ke-i (i = 1,2,...)

Hasil yang diperoleh dari persamaan dua dan tiga kemudian dimasukkan kedalam persamaan satu untuk menentukan ketidakpastian asal reproduisibilitas (μR_w).

a. Ketidakpastian Asal Reproduisibilitas Suhu Leleh:

$$SD = 0,06$$

$$\bar{x} = 156,55$$

$$U(Rw) = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \quad (4)$$

$$U(Rw) = \frac{0,06}{156,55} \times 100 = 0,038\%$$

b. Ketidakpastian Asal Reproduisibilitas Perubahan Entalpi:

$$SD = 0,179$$

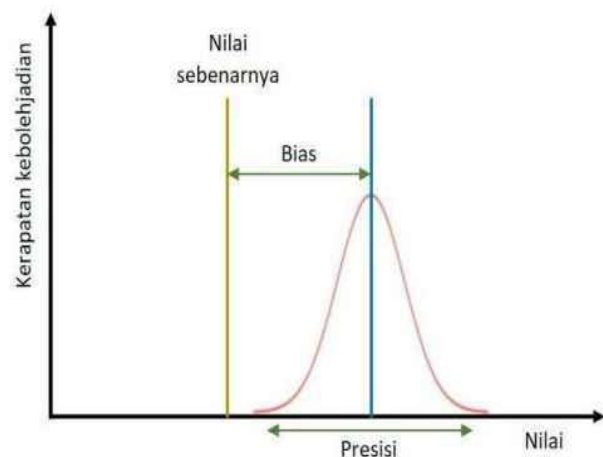
$$\bar{x} = 28,416$$

$$URw = \frac{0,179}{28,416} \times 100 = 0,628\%$$

Dikalikan 100 karena dalam ketidakpastian pengukuran pendekatan *top-down* semua nilai ketidakpastian asal diubah kedalam bentuk relatif dan satuannya sama yaitu persen.

Ketidakpastian Asal Bias (uB)

Tahapan selanjutnya adalah menentukan ketidakpastian asal bias. Bias mengacu pada perbedaan yang timbul antara nilai yang terukur melalui pengulangan pengukuran menggunakan sampel yang sama, dan nilai yang dijadikan sebagai standar acuan. Dalam hal ini, bias muncul akibat adanya faktor-faktor yang menyebabkan nilai terukur cenderung mendekati atau menjauhi nilai acuan yang diharapkan.



Gambar 6. Ilustrasi Ketidakpastian Asal Bias
(Sumber : ISO 17025:2017)

Karena laboratorium hanya memiliki satu standar kontrol lab yaitu Reference Material Certificate Indium dengan nomor lot BD147. Sehingga persamaan yang digunakan untuk menentukan ketidakpastian asal bias adalah :

$$uBias = \sqrt{\bar{x}bias^2 + \left(\frac{SDbias^2}{\sqrt{n}}\right) + \frac{uRef^2}{K}} \times 100 \quad (5)$$

$$bias = \text{Nilai pengukuran} - \text{Nilai Acuan} \quad (6)$$

Keterangan:

uBias : Ketidakpastian asal bias
n : Jumlah data
 $\bar{x}bias$: Rata-rata bias
SDbias : Simpangan baku dari bias
U(cRef): Ketidakpastian asal standar (sertifikat)
K : Faktor cakupan probabilitas 95% = 2

Tabel 2. Rata-rata Dan Simpangan Baku Bias

n	Suhu Leleh	Bias	Perubahan Entalpi	Bias
1	156,640	0,040	28,70	0,249
2	156,510	0,090	28,13	0,319
3	156,550	0,050	28,50	0,053
4	156,450	0,150	28,27	0,180
5	156,540	0,060	28,30	0,147
6	156,600	0,000	28,26	0,189
7	156,500	0,100	28,43	0,015
8	156,580	0,020	28,38	0,066
9	156,630	0,030	28,60	0,150
10	156,530	0,070	28,57	0,123
\bar{x}	156,553	0,061	28,42	0,149
SD	0,060	0,044	0,179	0,092

Pada sertifikat standar kontrol lab nilai ketidakpastian untuk suhu leleh adalah $156,6 \pm 0,5^\circ\text{C}$ dan nilai ketidakpastian pada entalpi $28,45 \pm 1,0 \text{ J/g}$. Dengan menggunakan persamaan 2 dan 3 untuk menghitung nilai rata-rata bias dan nilai simpangan baku bias seperti pada Tabel 1.

Hasil dari Tabel 1 dan data pada sertifikat standar dapat digunakan untuk menghitung ketidakpastian asal bias.

a. Ketidakpastian Asal Bias Suhu Leleh

$$u_{Bias} = \sqrt{\bar{x}bias^2 + \left(\frac{SD_{bias}^2}{\sqrt{n}}\right) + \frac{u_{Ref}^2}{K}} \times 100$$

$$u_{Bias} = \sqrt{0,061^2 + \left(\frac{0,044^2}{\sqrt{10}}\right) + \frac{0,5^2}{2}} \times 100$$

$$u_{Bias} = 0,225 \%$$

b. Ketidakpastian Asal Bias Perubahan Entalpi

$$u_{Bias} = \sqrt{\bar{x}bias^2 + \left(\frac{SD_{bias}^2}{\sqrt{n}}\right) + \frac{u_{Ref}^2}{K}} \times 100$$

$$u_{Bias} = \sqrt{0,149^2 + \left(\frac{0,092^2}{\sqrt{10}}\right) + \frac{1^2}{2}} \times 100$$

$$u_{Bias} = 2,223 \%$$

Ketidakpastian Gabungan

Ketidakpastian gabungan dari suatu pengukuran dinotasikan sebagai $Uc(y)$. Ketidakpastian gabungan dihitung sebagai akar dari jumlah kuadrat reproduibiliti dalam laboratorium yang mencerminkan presisi pengukuran dan bias (Korol et al., 2017), sesuai dengan persamaan (7).

$$uc(y) = \sqrt{uRw^2 + u_{Bias}^2} \tag{7}$$

Keterangan:

$uc(y)$: Ketidakpastian asal gabungan

u_{Bias} : Ketidakpastian asal bias

uR : Ketidakpastian asal reproduibilitas

a. Ketidakpastian Gabungan Suhu Leleh

$$uc(y) = \sqrt{uRw^2 + u_{Bias}^2}$$

$$uc(y) = \sqrt{0,038^2 + 0,225^2}$$

$$uc(y) = 0,228\%$$

b. Ketidakpastian Gabungan Perubahan Entalpi

$$uc(y) = \sqrt{uRw^2 + u_{Bias}^2}$$

$$uc(y) = \sqrt{0,628^2 + 2,223^2}$$

$$uc(y) = 2,31\%$$

Ketidakpastian Gabungan Diperluas

Ketidakpastian pengukuran yang paling sering direpresentasikan secara numerik adalah nilai terukur \pm ketidakpastian yang diperluas, Ketidakpastian yang diperluas adalah interval di mana hasil diharapkan, dengan tingkat kepercayaan tertentu. Ini adalah hasil dari ketidakpastian gabungan standar u (uc) dan faktor cakupan k . (Milinkovic et al., 2018). Ketidakpastian yang diperluas akan menghasilkan suatu rentang dari $Y - U$ hingga $Y + U$, yang diharapkan dengan wajar mencakup sebagian besar distribusi nilai yang terkait dengan besaran yang diukur Y . Untuk menentukan rentang ini, ketidakpastian baku gabungan $uc(y)$ dikalikan dengan faktor cakupan (K) Pemilihan nilai numerik dari faktor cakupan tergantung pada tingkat keandalan. Untuk probabilitas 95%, faktor cakupan 2 dan untuk probabilitas 99% faktor cakupan 3 (SNI ISO/IEC17025:2017, 2018). ketidakpastian gabungan diperluas adalah faktor yang harus dipatuhi ketika menggabungkan ketidakpastian dari sistem analitis di laboratorium dengan yang terakumulasi selama jejak metrologi, lalu diperluas dengan faktor cakupan (Braga et al., 2015). Nilai ketidakpastian diperluas dapat dihitung dengan persamaan :

$$U = Uc(y) \times K \tag{8}$$

Keterangan:

U : Ketidakpastian diperluas

$uc(y)$: Ketidakpastian asal gabungan

K : Faktor cakupan probabilitas 95%, $K=2$

Berdasarkan persamaan 8 nilai ketidakpastian diperluas dapat dihitung:

a. Ketidakpastian Diperluas Suhu Leleh

$$U = Uc(y) \times K$$

$$U = 0,228 \times 2$$

$$U = 0,456\%$$

b. Ketidakpastian Diperluas Perubahan Entalpi

$$U = U_c(y) \times K$$

$$U = 2,310 \times 2$$

$$U = 4,620\%$$

Dari Hasil perhitungan estimasi ketidakpastian pengukuran didapatkan hasil nilai ketidakpastian gabungan diperluas untuk nilai suhu leleh $156,55^\circ\text{C} \pm 0,46\%$ dan nilai perubahan entalpi $28,42 \text{ J/g} \pm 4,6\%$, Nilai estimasi ini masih dalam bentuk persen sehingga harus dikonversi sesuai dengan satuan nya, derajat Celsius untuk suhu leleh dan J/g untuk perubahan entalpi.

$$U = \frac{\bar{x}}{100} \times U\% \quad (9)$$

Setelah dilakukan konversi didapatkan hasil ketidakpastian gabungan untuk suhu leleh $156,55^\circ\text{C} \pm 0,7^\circ\text{C}$ dan untuk perubahan entalpi $28,42 \text{ J/g} \pm 1,3 \text{ J/g}$

SIMPULAN

Dari hasil perhitungan estimasi ketidakpastian pengukuran suhu leleh dan perubahan entalpi menggunakan *Differential Scanning Calorimetry* dengan pendekatan *top-down* diperoleh hasil ketidakpastian gabungan diperluas dengan probabilitas 95% untuk suhu leleh $156,55^\circ\text{C}$ dengan besar ketidakpastian $\pm 0,7^\circ\text{C}$ dan untuk perubahan entalpi $28,42 \text{ J/g}$ dengan besar ketidakpastian $\pm 1,3 \text{ J/g}$.

DAFTAR PUSTAKA

- Ginting, A. B., Indaryati, S., & Setiawan, J. 2005. Penentuan Parameter Uji dan Ketidakpastian Pengukuran Kapasitas Panas pada Differential Scanning Calorimeter. *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*. 1(1): 34–45. <http://jurnal.batan.go.id/index.php/jtbn/articel/view/332>
- ISO11357-3. 2018. Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization. In *International Standard Organization*. 2018. <https://cdn.standards.iteh.ai/samples/72460/286fb10f3c87463498653e9db865e59d/ISO-11357-3-2018.pdf>
- Rohani, S., Kurniah, K., & Nurjannah, N. 2021. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Dalam Metode Penentuan Total Suspended Solid (Tss) Secara Gravimetri. *Buletin Teknik Litkayasa Akuakultur*. 19(2): 109. <https://doi.org/10.15578/blta.19.2.2021.109-112>
- Braga, F., Infusino, I., & Panteghini, M. 2015. Performance criteria for combined uncertainty budget in the implementation of metrological traceability. *Clinical Chemistry and Laboratory Medicine*. 53(6): 905–912. <https://doi.org/10.1515/cclm-2014-1240>
- Cerioti, F. 2018. Deriving proper measurement uncertainty from Internal Quality Control data: An impossible mission? *Clinical Biochemistry*. 57: 37–40. <https://doi.org/10.1016/j.clinbiochem.2018.03.019>
- Coskun, A., İnal, B. B., & Serdar, M. 2019. Measurement uncertainty in laboratory medicine: The bridge between medical and industrial metrology. *Turkish Journal of Biochemistry*. 44(2): 121–125. <https://doi.org/10.1515/tjb-2019-0170>
- EURACHEM/CITAC. 2012. Guide CG4: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement: 3 ed. www.eurachem.org/index.php/publication/s/guides/quam
- Flávia Martinello, Nada Snoj, Milan Skitek, A. J. 2020. The top-down approach to measurement uncertainty: which formula should we use in laboratory medicine? *Biochem Med (Zagreb)*. <https://doi.org/10.11613/BM.2020.020101>
- ISO/IEC GUIDE 98-3/Suppl.1. 2008. Uncertainty of measurement Part 3 : Guide to the expression of uncertainty in measurement Supplement 1 : Propagation of distributions using a Monte Carlo method. https://www.bsigroup.com/contentassets/fb7f1499fa6f43c6b9084be8c2378bc9/iso_iec_guide_98-3_2008_suppl_1_2008e---propagation-of-distributions-using-a-monte-carlo-method.pdf
- ISO 11357-1. 2016. Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 1: General principles. In *International Standard Organization*. <https://cdn.standards.iteh.ai/samples/7002>

- 4/4eeac42fae96493190707ae5d8c2b4a7/I
SO-11357-1-2016.pdf
- ISO 21748. 2017. Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty evaluation. In International Organization for Standardization (Vols. 10406-1:20). <https://cdn.standards.iteh.ai/samples/71615/84de0526ee93473fb468801553878ad0/ISO-21748-2017.pdf>
- JCGM. 2012. International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM) 3rd edition
Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM) 3 ed. Vim.
- Kallner, A., Boyd, J., Duewer, D., Giroud, C., Hatjimihail, A., Klee, G., & et al. 2012. Expression of Measurement Uncertainty in Laboratory Medicine. Issue January 2012.
- Korol, W., Rubaj, J., Bielecka, G., Walczyński, S., Reszko-Zygmunt, J., & Dobrowolski, R. 2017. Criteria for using proficiency test results for estimation of measurement uncertainty: feed analysis example. *Accreditation and Quality Assurance*. 22(2): 83–89. <https://doi.org/10.1007/s00769-017-1252-1>
- Lee, J. H., Choi, J., Youn, J. S., Cha, Y. J., & Song, W. 2014. Comparison between bottom-up and top-down approaches in the estimation of measurement uncertainty. <https://doi.org/10.1515/cclm-2014-0801>
- Menczel, J. D., & Prime, R. B. 2009. Thermal Analysis of Fundamentals and Applications. [https://doi.org/10.1016/S1369-7021\(09\)70183-X](https://doi.org/10.1016/S1369-7021(09)70183-X)
- Milinkovic, N., Ignjatovic, S., Sumarac, Z., & Majkic-Singh, N. 2018. Uncertainty of measurement in laboratory medicine. *Journal of Medical Biochemistry*. 37(3): 279–288. <https://doi.org/10.2478/jomb-2018-0002>
- Rigo-Bonnin, R., Blanco-Font, A., & Canalias, F. 2018. Different top-down approaches to estimate measurement uncertainty of whole blood tacrolimus mass concentration values. *Clinical Biochemistry*. 57(February): 56–61. <https://doi.org/10.1016/j.clinbiochem.2018.05.005>
- SNI ISO/IEC17025:2017. 2018. Implementasi SNI ISO/IEC 17025:2017 - Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi. In Badan Standarisasi Nasional. <https://perpustakaan.bsn.go.id/repository/dcdf4bfc61c524fb89f0c7474778199a.pdf>
- Zhu, Z., Li, W., Yin, Y., Cao, R., & Li, Z. 2022. Differential Scanning Calorimetry Material Studies: Benzil Melting Point Method for Eliminating the Thermal History of DSC. *Journal of Chemistry*, 2022. <https://doi.org/10.1155/2022/3423429>
- Zilli, M., Arpa, F. V. G., Unico, S. L., & Gorizia, L. 2013. A Practical Guide to the Calculation of Uncertainty of Measurement. 20–26. <https://doi.org/10.2174/1874340401306010020>