
**PENENTUAN PARAMETER UJI DAN
KETIDAKPASTIAN PENGUKURAN KAPASITAS PANAS
PADA *DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETER***

Aslina Br.Ginting, Sutri Indaryati, Jan Setiawan
Pusbangtek Bahan Bakar Nuklir dan Daur Ulang – BATAN, Serpong

ABSTRAK

PENENTUAN PARAMETER UJI DAN KETIDAKPASTIAN PENGUKURAN KAPASITAS PANAS PADA *DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETER*. Telah dilakukan penentuan parameter pengujian kapasitas panas dengan cara mengukur besaran entalpi dari CRM In, Sn, Pb dan Zn. Pengukuran dilakukan pada rentang temperatur 30°C hingga 450°C dengan variasi laju pemanasan 1°C/menit, 3°C/menit dan 5°C/menit. Dari analisis diperoleh parameter uji yang relatif baik pada kondisi operasi 30°C hingga 450°C dengan parameter uji laju pemanasan 3°C/menit dan sensitivitas koefisien ($\mu\text{V}/\text{mW}$) $S = (1,1855\text{E}+01) + (1,1650\text{E}-02.T) - (7,1229\text{E}-05.T^2) + (1,3307\text{E}-07.T^3) + (1,1855\text{E}+01.T^4)$ dan temperatur koefisien ($^{\circ}\text{C}$) $C f(T,R) = (4,6276\text{E}+00) + (1,4193\text{E}-02.T) + (3,8118\text{E}-01.R) + (6,4909\text{E}-02.R^2)$. Berdasarkan parameter uji di atas, dilakukan analisis kapasitas panas terhadap sampel Al dan Zn dan hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa sampel Al mempunyai kapasitas panas sebesar 0,65 J/g°C hingga 1,11 J/g°C dan kapasitas panas Zn sebesar 0,4 J/g°C hingga 0,71 J/g°C pada rentang temperatur 30°C sampai 450°C. Besar penyimpangan masing-masing pengukuran adalah 0,075% dan 0,025%, sedangkan besar ketidakpastian pengukuran masing-masing adalah 0,00642 J/g°C dan 0,0266 J/g°C pada tingkat kepercayaan 95%.

KATA KUNCI: Ketidakpastian kapasitas panas, Entalpi, In, Sn, Pb, Zn

ABSTRACT

DETERMINATION OF PARAMETERS AND UNCERTAINTY OF HEAT CAPACITY MEASUREMENT ON DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETER. Determination of parameters and uncertainty of heat capacity measurement has been performed by measuring the enthalpies of CRM In, Sn, Pb and Zn in the temperature range of 30°C to 450°C with heating rate variation of 1°C/min, 3°C/min and 5°C/min. From the analysis, relatively good parameters of measurement are obtained at operating conditions of 30°C to 450°C with heating rate of 3°C/min and coefficient sensitivity ($\mu\text{V}/\text{mW}$) $S = (1,1855\text{E}+01) + (1,1650\text{E}-02.T) - (7,1229\text{E}-05.T^2) + (1,3307\text{E}-07.T^3) + (1,1855\text{E}+01.T^4)$ and coefficient temperature ($^{\circ}\text{C}$) $C f(T,R) = (4,6276\text{E}+00) + (1,4193\text{E}-02.T) + (3,8118\text{E}-01.R) + (6,4909\text{E}-02.R^2)$. Based on the measurement parameters above, analysis of heat capacity of Al and Zn samples was performed and the results obtained show that Al samples have heat capacity ranging from 0.65 J/g°C to 1.11 J/g°C, and Zn samples 0.4 J/g°C to 0.71 J/g°C at a temperature range of 30°C to 450°C. The deviations in the measurements are 0.075% and 0.025% respectively with the uncertainty of heat capacity measurement for Al and Zn samples correspondingly 0.00642 J/g°C and 0.0266 J/g°C at a confidential level of 95%.

FREE TERMS: Uncertainty of heat capacity, Enthalpy, In, Sn, Pb, Zn

I. PENDAHULUAN

Differential Scanning Calorimeter (DSC) merupakan salah satu alat dari *Thermal Analyzer* yang dapat digunakan untuk menentukan kapasitas panas dan entalpi dari suatu bahan. Bahan yang dapat dianalisis kapasitas panas dan entalpinya menggunakan DSC adalah bahan logam, paduan logam dan bahan keramik. Dalam proses fabrikasi bahan bakar nuklir, DSC digunakan untuk mengetahui perubahan fasa, temperatur lebur, entalpi dan kapasitas panas dari bahan kelongsong AlMg-2, zirkaloi, AlMgSi, bahan bakar UO₂, U₃O₈-Al, U₃Si₂-Al dan UMo-Al. Selain untuk menentukan temperatur lebur, entalpi dan kapasitas panas, DSC juga dapat digunakan untuk mempelajari fenomena kestabilan panas endotermik atau eksotermik bahan bakar dan interaksi bahan bakar dengan matriknya.

Penggunaan DSC untuk penentuan kapasitas panas, menurut sistem mutu SNI 19-17025, harus menggunakan metode uji yang valid^[1]. Dalam proses validasi metode penentuan kapasitas panas, ditentukan parameter-parameter unjuk kerja metode dengan menggunakan peralatan yang memenuhi spesifikasi, beroperasi dengan baik dan terkalibrasi agar diperoleh hasil yang baik. Metode yang digunakan dalam penentuan kapasitas panas dengan DSC adalah metode pengujian yang diberikan oleh fabrikasi SETARAM Perancis^[2]. Namun dengan berjalannya waktu, metode rutin tersebut harus diverifikasi agar diketahui kevalidannya. Sebelum melakukan verifikasi metode tersebut, alat DSC harus dikalibrasi terlebih dahulu. Verifikasi metode penentuan kapasitas panas menggunakan DSC seharusnya dilakukan dengan menggunakan sampel standar. Namun dalam melakukan verifikasi metode ini terdapat beberapa kendala. Salah satu kendalanya adalah tidak tersedianya sampel standar yang dapat digunakan langsung untuk penentuan kapasitas panas, namun yang tersedia adalah sampel standar untuk penentuan entalpi. Oleh karena itu untuk melakukan verifikasi metode harus diketahui parameter pengujian terlebih dahulu. Parameter pengujian yang sangat berpengaruh terhadap hasil analisis kapasitas panas adalah laju reaksi, sensitivitas koefisien dan temperatur koefisien. Penentuan parameter pengujian ini dilakukan dengan cara mengkalibrasi besaran entalpi dengan alat DSC sehingga diperoleh suatu korelasi antara besaran entalpi dengan besaran kapasitas panas seperti rumus di bawah ini^[2,3].

$$\Delta H = m C_p \Delta T \quad (1)$$

dimana ΔH = entalpi (J/g)

m = berat (g)

C_p = kapasitas panas (J/g°C)

ΔT = temperatur (°C)

Kalibrasi alat DSC dilakukan dengan menggunakan CRM (*Certificate Reference Material*) In, Sn, Pb, dan Zn pada rentang temperatur program 30°C hingga 450°C dengan variasi laju pemanasan 1°C/menit, 3°C/menit dan 5°C/menit dengan 3× pengulangan pengukuran. Dari hasil kalibrasi akan diperoleh temperatur lebur (°C) dan entalpi lebur (μV) masing-masing sampel standar dengan variasi laju pemanasan. Besaran temperatur lebur dan entalpi lebur yang diperoleh kemudian dievaluasi dengan persamaan regresi untuk mendapatkan parameter uji yaitu besaran sensitivitas koefisien (μV/mW):

$$S = A_0 + A_1 T + A_2 T^2 + A_3 T^3 + A_4 T^4 \quad (2)$$

dan temperatur koefisien (°C):

$$C = T_{measured} - T_{real} = f(T,R) = B_0 + B_1 T + B_2 R + B_3 R^2 \quad (3)$$

dengan variasi laju pemanasan 1°C/menit, 3°C/menit dan 5°C/menit,

dimana S = sensitivitas koefisien

C = temperatur koefisien

A, B = konstanta

T = temperatur

R = laju pemanasan

Kemudian ketiga besaran parameter tersebut dimasukkan ke *Menu Processing* sebagai parameter uji^[3] sehingga diperoleh besaran sensitivitas koefisien ($\mu\text{V}/\text{mW}$), dan temperatur koefisien ($^{\circ}\text{C}$) dengan variasi laju pemanasan. Setelah alat terkalibrasi, dilakukan penentuan entalpi CRM Zn. Hasil entalpi yang diperoleh dibandingkan dengan nilai entalpi dari sertifikat. Apabila hasil entalpi CRM Zn yang diperoleh dari pengukuran sama dengan nilai entalpi dari sertifikat, maka parameter uji yang digunakan pada metode tersebut dapat digunakan untuk pengukuran kapasitas panas sampel selanjutnya. Apabila nilai entalpi CRM Zn yang diperoleh dari pengukuran tidak sama dengan sertifikat, maka dilakukan pengulangan pengukuran dengan mengganti parameter uji yang meliputi laju pemanasan, sensitivitas koefisien ($\mu\text{V}/\text{mW}$) $S = A_0 + A_1 T + A_2 T^2 + A_3 T^3 + A_4 T^4$ dan temperatur koefisien ($^{\circ}\text{C}$) $C = T_{measured} - T_{real} = f(T,R) = B_0 + B_1 T + B_2 R + B_3 R^2$ sampai diperoleh nilai entalpi CRM Zn sama dengan nilai sertifikat.

Untuk mengetahui apakah parameter pengujian yang digunakan dapat diterima maka selanjutnya dilakukan perhitungan penyimpangan pengukuran dan besarnya ketidakpastian pengukuran.

II. TATA KERJA

Dalam pengukuran disiapkan 6 (enam) buah krusibel aluminium. Dua buah krusibel untuk *blank-blank*, dua buah untuk *blank-standar* dan dua sisanya untuk *blank-sampel*. Pengukuran dilakukan dengan 3 langkah, pertama untuk pengukuran *blank-blank*, kedua untuk pengukuran *blank-standar* dan ketiga untuk pengukuran *blank-sampel* Zn seberat 150 mg. Pada setiap langkah pengukuran, krusibel dimasukkan ke dalam *chamber* DSC dan dipanaskan dari temperatur 30°C hingga 450°C dengan variasi laju pemanasan 1°C/menit, 3°C/menit dan 5°C/menit. Hasil pengukuran berupa termogram DSC membentuk puncak endotermik yang menyatakan besarnya temperatur dan entalpi peleburan sampel Zn. Dari besaran entalpi yang diperoleh dilakukan evaluasi dengan perangkat lunak DSC menjadi parameter uji sebagai faktor koreksi berupa temperatur koefisien dan sensitivitas koefisien. Faktor koreksi ini akan digunakan sebagai parameter uji untuk penentuan kapasitas panas selanjutnya untuk sampel Al dan Zn. Kemudian untuk mengetahui besar penyimpangan pengukuran kapasitas panas dilakukan perhitungan standar deviasi dan ketidakpastian pengukuran

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Menetapkan Parameter Uji

Dalam usaha mendapatkan parameter uji pengukuran kapasitas panas, telah dilakukan pengukuran temperatur lebur dan entalpi lebur dari CRM In, Sn, Pb dan Zn dengan variasi laju pemanasan 1°C/menit, 3°C/menit dan 5°C/menit. Dari hasil pengukuran diperoleh temperatur

lebur dan entalpi lebur masing-masing CRM dengan variasi laju pemanasan seperti yang dituangkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Temperatur dan entalpi lebur CRM dengan variasi laju pemanasan

CRM	Laju pemanasan 1°C/menit		Laju pemanasan 3°C/menit		Laju pemanasan 5°C/menit	
	T (°C)	ΔH (μV/mg)	T (°C)	ΔH (μV/mg)	T (°C)	ΔH (μV/mg)
In	160,33	339,6495	160,33	343,9669	162,5	341,2413
Sn	235,93	704,0854	238,72	691,3196	237,30	705,8573
Pb	332,23	216,6419	333,45	216,0305	332,73	223,0876
Zn	424,81	901,5843	427,49	932,3591	426,10	887,8952

Data pada Tabel 1 kemudian dievaluasi secara regresi sehingga diperoleh parameter uji berupa sensitivitas koefisien ($\mu\text{V/mW}$) $S = A_0 + A_1 T + A_2 T^2 + A_3 T^3 + A_4 T^4$ dan temperatur koefisien ($^{\circ}\text{C}$) $C = T_{\text{measured}} - T_{\text{real}} = f(T,R) = B_0 + B_1 T + B_2 R + B_3 R^2$ dengan variasi laju pemanasan seperti terlihat pada Tabel 2 sampai Tabel 4 dan Gambar 1.

Tabel 2. Besaran konstanta sensitivitas koefisien dan temperatur koefisien dengan laju pemanasan 1°C/menit

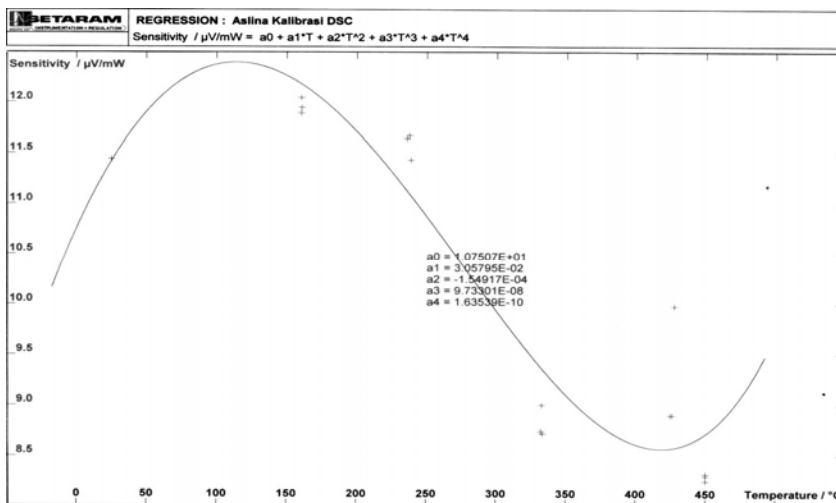
Sensitivitas Koefisien ($\mu\text{V/mW}$)		Temperatur koefisien ($^{\circ}\text{C}$)		Entalpi sampel Zn (J/g)
A0	3,49163E-02	B0	-4,08822E+00	
A1	1,73047E-03	B1	6,31388E-03	
A2	-4,08108E-06	B2	1,12709E+00	
A3	-1,49553E-09	B3	-6,62628E-02	
A4	-1,49553E-12			

Tabel 3. Besaran konstanta koefisien sensitivitas dan temperatur koefisien dengan laju pemanasan 3°C/menit

Sensitivitas Koefisien ($\mu\text{V/mW}$)		Temperatur koefisien ($^{\circ}\text{C}$)		Entalpi sampel Zn (J/g)
A0	1,07507E+01	B0	4,35587E+00	
A1	3,05795E-02	B1	-6,00182E-03	
A2	-1,54917E-04	B2	2,86914E+00	
A3	9,73301E-08	B3	-5,27403E-01	
A4	1,635301E-10			

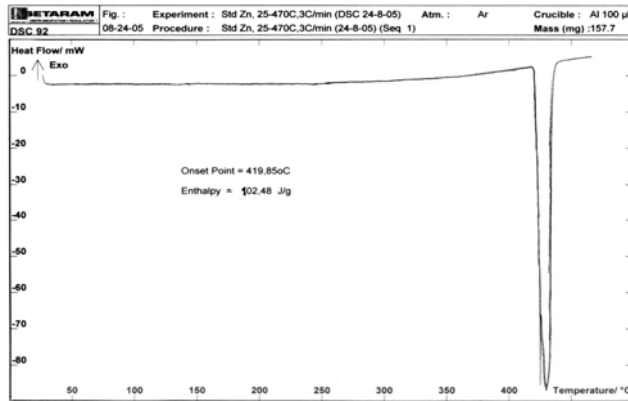
Tabel 4. Besaran konstanta sensitivitas koefisien dan temperatur koefisien dengan laju pemanasan 5°C/menit

Sensitivitas koefisien ($\mu\text{V/mW}$)		Temperatur koefisien ($^{\circ}\text{C}$)		Entalpi sampel Zn (J/g)
A0	1,1855E+01	B0	-4,6276E+00	
A1	1,1650E-02	B1	1,4193E-02	
A2	-7,1229E-05	B2	3,8118E-01	
A3	1,3307E-07	B3	6,4909E-02	
A4	1,1855E+01			



Gambar 1. Kurva regresi sensitivitas dengan temperatur koefisien

Setelah diperoleh besaran sensitivitas koefisien dan temperatur koefisien, dilakukan pengukuran entalpi CRM Zn dengan masing-masing parameter uji seperti yang tercantum pada Tabel 2, Tabel 3 dan Tabel 4. Hasil analisis menunjukkan dengan laju pemanasan sebesar 1°C/menit, 3°C/menit dan 5°C/menit, diperoleh besaran entalpi CRM Zn masing-masing 99,75 J/g, 102,48 J/g, dan 102,18 J/g. Apabila besaran entalpi CRM Zn dari sertifikat sebesar 103,017 J/g^[4] dibandingkan dengan ketiga besaran entalpi di atas, maka entalpi CRM Zn yang relatif sama adalah entalpi dengan menggunakan parameter uji Tabel 3 yaitu sebesar 102,48 J/g, seperti terlihat pada Gambar 2. Besaran entalpi CRM Zn yang diperoleh dari hasil pengukuran yakni 102,48 J/g dapat diterima karena sudah mendekati besaran entalpi CRM Zn dari sertifikat sebesar 103,017 J/g dengan penyimpangan pengukuran sebesar 0,5%. Besaran penyimpangan pengukuran entalpi yang dapat diterima dari metode uji dari SETARAM ditetapkan sebesar 5%^[3]. Oleh karena itu, parameter uji yang dituangkan pada Tabel 3 dapat digunakan untuk analisis kapasitas panas bahan lebih lanjut.



Gambar 2. Termogram entalpi peleburan CRM Zn

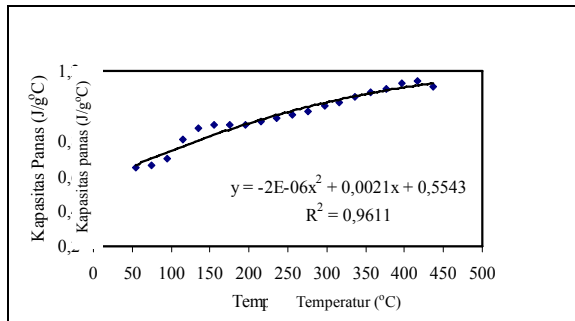
Dari hasil analisis ketiga variasi laju pemanasan di atas, diperoleh bahwa parameter uji optimal yang digunakan untuk analisis kapasitas panas pada rentang temperatur 30°C hingga 450°C adalah parameter uji yang terdapat pada Tabel 3.

3.2 Analisis Kapasitas Panas

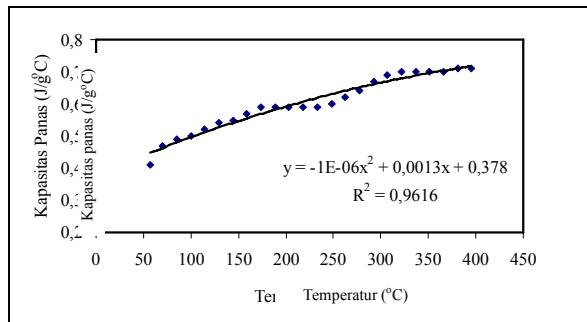
Setelah diperoleh parameter uji yang optimal kemudian dilakukan analisis kapasitas panas terhadap sampel Al dan Zn pada rentang temperatur 30°C hingga 450°C dengan parameter uji yang telah ditetapkan seperti yang dituangkan pada Tabel 3. Hasil analisis kapasitas panas sampel Al dan Zn dilakukan dengan 5× pengulangan pengukuran dan besarnya dituangkan pada Tabel 5.

Tabel 5. Kapasitas panas sampel Al dan Zn

Sampel Al				Sampel Zn			
Temp (°C)	Cp (J/g°C)	Temp (°C)	Cp (J/g°C)	Temp (°C)	Cp (J/g°C)	Temp (°C)	Cp (J/g°C)
54,75	0,65	296,71	1,00	57,52	0,41	233,02	0,59
75,10	0,66	316,79	1,02	69,92	0,47	247,79	0,60
95,31	0,70	336,90	1,05	84,99	0,49	262,61	0,62
115,48	0,81	357,00	1,08	99,76	0,50	277,35	0,64
135,61	0,87	377,09	1,10	114,63	0,52	292,19	0,67
155,80	0,89	397,14	1,13	129,38	0,54	306,91	0,69
175,90	0,89	417,23	1,14	144,25	0,55	321,71	0,70
196,07	0,89	437,31	1,11	159,07	0,57	336,43	0,70
216,21	0,91			173,89	0,59	351,24	0,70
236,33	0,93			188,60	0,59	366,04	0,70
256,43	0,95			203,37	0,59	380,81	0,71
276,57	0,97			218,22	0,59	395,53	0,71
SD			0,075				0,025



Gambar 3. Kapasitas panas sampel Al



Gambar 4. Kapasitas panas sampel Zn

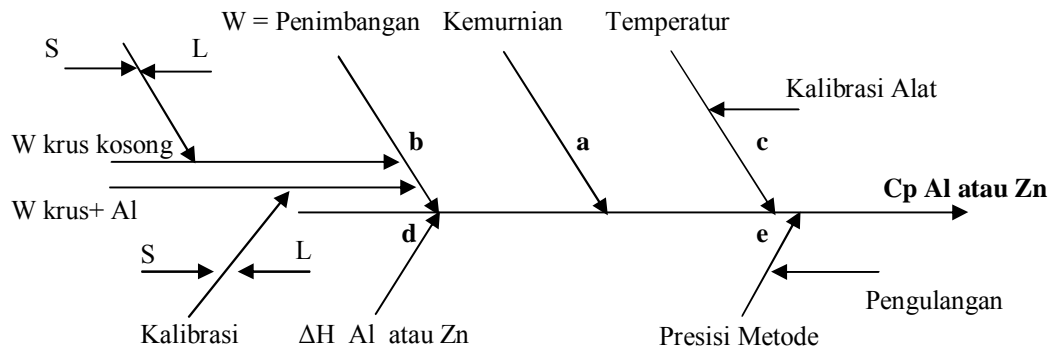
Hasil analisis kapasitas panas yang diperoleh menunjukkan bahwa dari temperatur 50°C hingga 450°C kapasitas panas sampel Al dan Zn meningkat dengan naiknya temperatur seperti yang terlihat pada Gambar 3 dan 4. Sampel Al mempunyai kapasitas panas sebesar 0,65 J/g°C pada temperatur 50°C dan 1,11 J/g°C pada 450°C. Besarnya kapasitas panas sampel Al sebagai fungsi temperatur mengikuti persamaan $Y = -2E-06 x^2 + 0,0021 x + 0,5543$ dengan $R^2 = 0,9611$, dimana Y adalah kapasitas panas dan x adalah temperatur. Sedangkan dari analisis kapasitas panas sampel Zn diperoleh hasil sebesar 0,4 J/g°C pada temperatur 50°C dan 7,1 J/g°C pada temperatur 450°C. Besarnya kapasitas panas sampel Zn sebagai fungsi temperatur mengikuti persamaan $Y = -1E-06 x^2 + 0,0013 x + 0,378$ dengan $R^2 = 0,9616$. Data kapasitas panas sampel Al dan Zn yang diperoleh kemudian dievaluasi untuk menghitung besaran penyimpangan dan ketidakpastian pengukurannya.

3.3 Penentuan Penyimpangan dan Ketidakpastian Pengukuran Kapasitas Panas

Untuk menghitung estimasi ketidakpastian pengukuran kapasitas panas sampel Al dan Zn menggunakan DSC'92, dilakukan langkah-langkah berikut:

1. Menentukan faktor-faktor yang dapat memberikan kontribusi kesalahan yang sangat mempengaruhi penentuan kapasitas panas tersebut, antara lain:
 - a. Linieritas timbangan yang digunakan

- b. Kemurnian standar Al dan Zn
 - c. Kalibrasi termokopel alat DSC
 - d. Pengambilan nilai benar harga ΔH standar Al dan Zn dari pustaka^[5] (*Handbook Perry*)
 - e. Ketidakpastian dari penimbangan berulang kali (presisi) sudah tercakup dalam presisi metode.
2. MengGambar Tulang Ikan atau *Fish Bond* dari variabel yang mempengaruhi pengukuran entalpi sesuai butir 1a s/d 1e.



Setelah dibuat Gambar *Fish Bond* pengukuran kemudian dihitung ketidakpastian dari masing-masing faktor yang mempengaruhi pengukuran entalpi tersebut.

a. Kemurnian standar Al dan Zn

Kemurnian sampel standar Al atau Zn dari sertifikat 99,99 ± 0,01% (Sigma Aldrich).

$$\mu \text{ Baku} = 0,0001 / \sqrt{3} = 0,000058$$

b. Penimbangan

Linieritas timbangan

Berdasarkan sertifikat kalibrasi timbangan Merk Metler Toledo (R.127) yang dikalibrasi pada Juli 2005 oleh KIM-LIPI dengan skala ketidakpastian sebesar ± 0,02 mg pada tingkat kepercayaan 95%, maka ketidakpastian penimbangannya adalah:

$$\mu (\text{penimbangan}) = \frac{0,02}{1,96} = 0,0102 \text{ mg}$$

Ketidakpastian penimbangan di atas harus dikalikan 2 karena penimbangan dilakukan 2x yaitu penimbangan W krusibel kosong dan penimbangan W krusibel + sampel.

$$\begin{aligned} \mu (\text{penimbangan}) &= 2 \times 0,0102 \text{ mg} \\ &= 0,0204 \text{ mg} \\ &= 2,04 \times 10^{-5} \text{ g} \end{aligned}$$

c. Kalibrasi termokopel alat DSC

Sertifikat kalibrasi termokopel untuk alat DSC dari SETARAM^[4] sebesar μ (Temperatur) $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$, maka ketidakpastian baku temperatur termokopel tersebut sebesar $= 0,1/\sqrt{3} = 0,057^{\circ}\text{C} \longrightarrow \mu$ (Temperatur) = $0,057^{\circ}\text{C}$.

d. Pengambilan nilai entalpi Al dari Handbook

Persamaan entalpi Al ($30\text{-}660^{\circ}\text{C}$) = $396,90 \text{ J/g}$ dengan ketidakpastian sebesar $1\%^{[6]}$, maka koefisien variasi (CV) adalah:

$$\text{CV} = \frac{s}{\Delta H} \times 100\% \text{ atau } s = \frac{(\text{CV} \times \Delta H)}{100} = \frac{(1 \times 396,90) \text{ J/g}}{100}$$

$$\text{Simpangan (s)} = 3,9690 \text{ J/g} \longrightarrow \mu \Delta H (\text{Al}) = 3,9690 \text{ J/g}$$

Dalam perhitungan ketidakpastian kapasitas panas Al, seluruh komponen harus mempunyai satuan yang sama seperti yang terlihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Mengubah komponen ketidakpastian menjadi satuan yang sama

No	Asal	Nilai (x)	Satuan	μ (x)	Satuan	μ (x/x)
a	Kemurnian Al	0,9999	%	0,000058	%	0,000058
b	Penimbangan	0,150	gr	0,204	gr	0,0306
c	Kalibrasi TC alat	660	$^{\circ}\text{C}$	0,057	$^{\circ}\text{C}$	8,6363E-05
d	ΔH Al	396,90	J/g	3,9690	J/g	0,01

e. Presisi metode

Ketidakpastian dari penimbangan berulang kali (presisi) sudah tercakup dalam presisi metode. Ketidakpastian presisi dihitung berdasarkan pada besarnya simpangan pengukuran seperti yang terdapat pada Tabel 5 dengan rumus^[2,6]:

$$\mu \text{ presisi} = \frac{\text{SD}}{\sqrt{n}} \tag{3}$$

f. Hitung ketidakpastian baku gabungan dari semua tahap langkah pengujian ketidakpastian baku gabungan (μ Gabungan)

$$\begin{aligned} \frac{\mu (\text{Cp Al})}{\text{Cp (Al)}} &= \sqrt{\mu (\text{Kemurnian Al})^2 + \mu (\text{Penimbangan})^2 + \mu (\text{Temp})^2 + \mu (\Delta H \text{ Al})^2} \\ &= \sqrt{(0,000058)^2 + (0,0306)^2 + (8,6363 \times 10^{-5})^2 + (0,01)^2} \\ &= 0,00109 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \mu (\text{Cp Al}) &= \text{Cp (Al)} \times \frac{\mu (\text{Cp Al})}{\text{Cp (Al)}} \\ &= 1,1 \text{ J/g}^{\circ}\text{C} \times 0,0019 \\ &= 0,00209 \text{ J/g}^{\circ}\text{C} \end{aligned}$$

Penentuan presisi metode untuk kapasitas panas Al

$$\begin{aligned} (SD/\sqrt{n}) &= (0,075/\sqrt{5}) \\ &= 0,0335 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \mu (Cp Al) + \mu (\text{presisi}) &= \sqrt{\mu (Cp Al)^2 + \left(\frac{SD}{\sqrt{n}}\right)^2} \\ &= \sqrt{(0,00209)^2 + (0,0335)^2} \\ &= 0,00321 \end{aligned}$$

Dalam hal untuk mendapatkan probabilitas yang memadai bahwa nilai hasil yang diperoleh dalam pengukuran kapasitas Al dengan menggunakan DSC berada dalam rentang yang diberikan oleh ketidakpastian, maka ketidakpastian baku gabungan diatas harus dikalikan dengan suatu faktor pencakupan (k). Perhitungan ketidakpastian pengukuran kapasitas panas Al ini dilakukan dengan faktor pencakupan sebesar (k=2) pada tingkat kepercayaan 95% dengan rumus ^[2,4,5].

$$U = k \times \mu \text{ Gabungan} \tag{4}$$

dimana U = Ketidakpastian diperluas (*Expanded uncertainty*)

k = Faktor pencakupan

$$\begin{aligned} \text{Sehingga, } Cp (Al) &= k \times \{ \mu (Cp Al) + \mu (\text{presisi}) \} \\ &= 2 \times 0,00321 \\ &= 0,00642 \text{ J/g}^\circ\text{C} \end{aligned}$$

Dari hasil diatas maka dapat ditentukan besarnya kapasitas panas sampel Al yang diperoleh dan ketidakpastiannya.

$$\begin{aligned} Cp (Al) &= Cp Al (\text{hasil pengukuran}) \pm 0,00642 \text{ J/g}^\circ\text{C} \\ &= 1,10 \pm 0,00642 \text{ J/g}^\circ\text{C} \text{ pada temperatur } 450^\circ\text{C} \end{aligned}$$

Dengan cara yang sama dilakukan perhitungan ketidakpastian untuk sampel Zn.

Pengambilan nilai entalpi Zn dari *Handbook*

Persamaan Entalpi Zn (30-450°C) = 102,48 J/g dengan ketidakpastian sebesar 1%^[4,5], maka koefisien variasi (CV) adalah:

$$(CV) = \frac{s}{\Delta H} \times 100\% \quad \text{atau} \quad s = \frac{(CV \times \Delta H)}{100} = \frac{(1 \times 102,48) \text{ J/g}}{100}$$

$$\text{Simpangan (s)} = 1,0248 \text{ J/g} \longrightarrow \mu \Delta H (\text{Zn}) = 1,0248 \text{ J/g}$$

Tabel 7. Mengubah komponen ketidakpastian menjadi satuan yang sama

No	Asal	Nilai (x)	Satuan	$\mu (x)$	Satuan	$\mu (x/x)$
a	Kemurnian Zn	0,9999	%	0,000058	%	0,000058
b	Penimbangan	0,150	gr	0,204	gr	0,0306
c	Kalibrasi TC alat	327,3	°C	0,057	°C	1,7415E-04
d	ΔH Zn	102,48	J/g	1,0248	J/g	0,01

Hitung ketidakpastian baku gabungan dari semua tahap langkah pengujian ketidakpastian baku gabungan (μ Gabungan)

$$\begin{aligned}\frac{\mu (\text{Cp Zn})}{\text{Cp (Zn)}} &= \sqrt{\mu (\text{Kemurnian Al})^2 + \mu (\text{Penimbangan})^2 + \mu (\text{Temp})^2 + \mu (\Delta\text{H})^2} \\ &= \sqrt{(0,000058)^2 + (0,0306)^2 + (1,7415 \times 10^{-4})^2 + (0,01)^2} \\ &= 0,001094\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu (\text{Cp Zn}) &= \text{Cp (Zn)} \times \frac{\mu (\text{Cp Zn})}{\text{Cp (Zn)}} \\ &= 0,7 \text{ J/g}^\circ\text{C} \times 0,00194 \\ &= 0,007658 \text{ J/g}^\circ\text{C}\end{aligned}$$

Penentuan presisi metode untuk kapasitas panas Zn

$$\begin{aligned}(\text{SD}/\sqrt{n}) &= (0,025/\sqrt{5}) \\ &= 0,112 \\ \mu (\text{Cp Zn}) + \mu (\text{presisi}) &= \sqrt{\mu (\text{Cp Zn})^2 + \left(\frac{\text{SD}}{\sqrt{n}}\right)^2} \\ &= \sqrt{(0,007658)^2 + (0,112)^2} \\ &= 0,1133\end{aligned}$$

Perhitungan ketidakpastian pengukuran kapasitas panas Zn ini dilakukan dengan faktor pencakupan sebesar ($k = 2$) pada tingkat kepercayaan 95% dengan rumus ^[2,5,6]:

$$U = k \times \mu \text{ Gabungan}$$

dimana U = Ketidakpastian diperluas (*Expanded uncertainty*)

k = Faktor pencakupan

$$\begin{aligned}\text{Sehingga, } U \text{ Cp (Zn)} &= k \times \{\mu (\text{Cp Zn}) + \mu (\text{presisi})\} \\ &= 2 \times 0,1133 \\ &= 0,2266 \text{ J/g}^\circ\text{C}\end{aligned}$$

Dari hasil diatas, maka dapat ditentukan besarnya kapasitas panas sampel Zn yang diperoleh beserta ketidakpastiannya.

$$\begin{aligned}\text{Cp (Zn)} &= \text{Cp Zn (hasil pengukuran)} \pm 0,0266 \text{ J/g}^\circ\text{C} \\ &= 0,7 \pm 0,0266 \text{ J/g}^\circ\text{C} \text{ pada temperatur } 450^\circ\text{C}\end{aligned}$$

IV. KESIMPULAN

Parameter uji untuk analisis kapasitas panas sampel Al dan Zn menggunakan DSC relatif baik bila dilakukan pada kondisi operasi 30°C hingga 450°C dengan laju pemanasan maksimal $3^\circ\text{C}/\text{menit}$ dengan sensitivitas koefisien ($\mu\text{V}/\text{mW}$) $S = (1,1855\text{E}+01) + (1,1650\text{E}-02.\text{T}) - (7,1229\text{E}-05.\text{T}^2) + (1,3307\text{E}-07.\text{T}^3) + (1,1855\text{E}+01.\text{T}^4)$ dan temperatur koefisien ($^\circ\text{C}$) $C f(\text{T},\text{R}) = (4,6276\text{E}+00) + (1,4193\text{E}-02.\text{T}) + (3,8118\text{E}-01.\text{R}) + (6,4909\text{E}-02.\text{R}^2)$. Besaran

kapasitas panas sampel Al dan Zn yang diperoleh adalah 0,65 J/g°C pada temperatur 50°C dan 1,11 J/g°C pada 450°C dengan mengikuti persamaan $Y = (-2E-06) x^2 + 0,0021 x + 0,5543$ dengan $R^2 = 0,9611$ dimana Y adalah kapasitas panas dan x adalah temperatur. Sedangkan kapasitas panas sampel Zn yang diperoleh adalah sebesar 0,4 J/g°C pada temperatur 50°C dan 7,1 J/g°C pada temperatur 450°C dengan mengikuti persamaan $Y = (-1E-06) x^2 + 0,0013 x + 0,378$ dengan $R^2 = 0,9616$. Besar penyimpangan masing-masing pengukuran adalah 0,075% dan 0,025%, dan ketidakpastian pengukuran kapasitas panas sampel Al dan Zn masing-masing sebesar 0,00642 J/g°C dan 0,0266 J/g°C pada tingkat kepercayaan 95% dengan temperatur 450°C.

V. DAFTAR PUSTAKA

1. SNI-17025, Dokumentasi Sistem Mutu Laboratorium, Badan Standardisasi Nasional (BSN), 2002.
2. ASTM, Annual Book of ASTM Standards, Vol. 14.02, USA, 1992, pp.399-402.
3. SETARAM, Manual Operation of Differential Scanning Calorimetry Type CS'92, Setaram, France, 1992.
4. PERRY, R., and GREEN, D., Perry's Chemical Engineers Handbook, 6th ed., McGraw-Hill, USA, 1984.
5. ISO Guide to The Expression of Uncertainty of Measurement, International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland, 1995.
6. EURACHEM CITAC GUIDE, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2nd ed, 2000.