

Tersedia online di: <http://ejournal-balitbang.kkp.go.id/index.php/btla>

## ESTIMASI KETIDAKPASTIAN PENGUKURAN DALAM METODE PENENTUAN TOTAL SUSPENDED SOLID (TSS) SECARA GRAVIMETRI

Sitti Rohani, Kurniah, dan Nurjannah

Balai Riset Perikanan Budidaya Air Payau dan Penyuluhan Perikanan  
Jl. Makmur Dg. Sitakka No. 129, Maros 90512, Sulawesi Selatan  
E-mail: [sittirohaniani69@gmail.com](mailto:sittirohaniani69@gmail.com)

### ABSTRAK

Estimasi ketidakpastian pengukuran harus dipenuhi dan diterapkan di laboratorium pengujian. Ketidakpastian ( $\mu$ ) adalah suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang di dalamnya terdapat nilai benar (*true value*). Estimasi ketidakpastian menunjukkan bahwa laboratorium tersebut sudah memperhitungkan faktor kesalahan dalam penentuan nilai *true value* (nilai benar). Kegiatan ini bertujuan untuk menentukan estimasi ketidakpastian pengukuran dalam metode penentuan TSS secara gravimetri (SNI.06-6989.3-2004). Identifikasi sumber ketidakpastian dengan cara *fishbone* dengan pengujian identifikasi tulang utama adalah faktor yang dapat memberikan kontribusi kesalahan terhadap hasil akhir. Sedangkan tulang kecil menjadi penyebab kesalahan dalam tulang utama.

**KATA KUNCI:** estimasi ketidakpastian; pengujian; faktor kesalahan; TSS; *fishbone*

### PENDAHULUAN

Prosedur estimasi ketidakpastian pengukuran harus dipenuhi dan diterapkan di laboratorium pengujian atau kalibrasi (Anonim, 2008). Sumber-sumber ketidakpastian dapat berasal dari *sampling*, preparasi contoh, peralatan, instrumen, kesalahan acak, dan sistematis, serta personal. Estimasi ketidakpastian dalam analisis kimia ditentukan dengan cara *fishbone* (Pramono, 2014). Ketidakpastian ( $\mu$ ) adalah suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang di dalamnya terdapat nilai benar (*true value*). Ketidakpastian memadukan semua kesalahan yang diketahui menjadi suatu rentang tunggal. Nilai ketidakpastian ditunjukkan dengan tanda " $\pm$ ". Contoh suatu hasil pengukuran dinyatakan dengan  $X \pm U$  unit, maka rentang hasil pengukuran tersebut adalah  $X-U$  sampai  $X+U$ . Menghitung rentang tersebut dikenal sebagai pengukuran ketidakpastian (*uncertainty measurement*) (Pramono, 2014).

Estimasi ketidakpastian merupakan indikator yang dapat digunakan untuk menentukan kehandalan atau kapabilitas suatu laboratorium pengujian atau kalibrasi. Ketidakpastian menunjukkan bahwa laboratorium tersebut sudah memperhitungkan faktor kesalahan dalam penentuan nilai *true value* (nilai benar). Ketidakpastian juga digunakan untuk mengevaluasi unjuk kerja laboratorium-laboratorium uji yang ikut dalam uji profesiensi. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menentukan estimasi ketidakpastian

pengukuran dalam metode penentuan TSS secara gravimetri (SNI.06-6989.3-2004).

### BAHAN DAN METODE

Kegiatan ini telah dilaksanakan di Laboratorium Pengujian Kualitas Air, Balai Riset Perikanan Budidaya Air Payau dan Penyuluhan Perikanan (BRPBAPPP), yang berlokasi di Maros, Sulawesi Selatan. Metode pengujian yang akan ditentukan Ketidakpastian pengukurannya adalah *total suspended solid* (TSS) dilakukan pada bulan Juni-Juli 2019, dengan mengacu pada SNI 06-6989.3-2004 (Anonim, 2004).

#### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan antara lain: air sampel, air deionizer, kertas saring Whatman glass microfiber filters 934-AH diameter 47 mm.

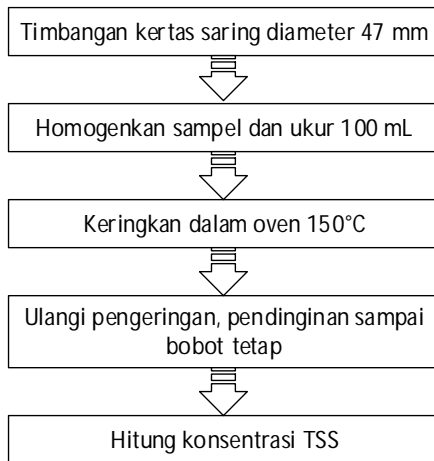
Peralatan yang digunakan yaitu: desikator yang berisi silika gel, oven untuk pengoperasian pada suhu 103°C sampai dengan 105°C, timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg; pengaduk magnetik, gelas ukur, cawan aluminium, cawan porselen/cawan gooch, penjepit, pompa vacuum.

#### Metode

Identifikasi sumber ketidakpastian pengukuran dilakukan dengan metode *fishbone*, melalui tahapan sebagai berikut: membuat skema dengan gambar tulang punggung ikan; parameter uji diletakkan sebagai

kepala ikan; berdasarkan model pengujian, dilakukan identifikasi tulang utama. Tulang utama adalah faktor yang dapat memberikan kontribusi kesalahan terhadap hasil akhir; selanjutnya dilakukan identifikasi tulang kecil yang menjadi penyebab kesalahan dalam tulang utama.

Perhitungan estimasi ketidakpastian pengukuran dilakukan dengan menggunakan model pengujian TSS dengan metode SNI 06-6989.3-2004 (Anonim, 2004) seperti pada Gambar 1.

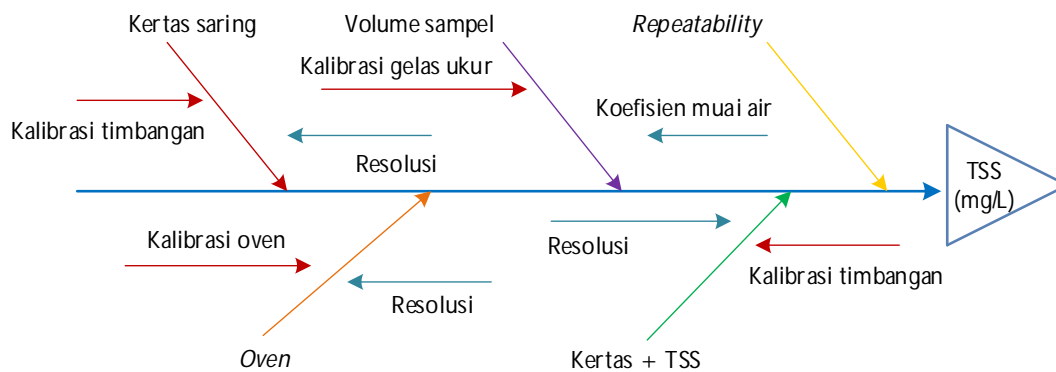


Gambar 1. Model pengujian TSS SNI 06-6989.3-2004 (Anonim, 2004).

## HASIL DAN BAHASAN

### *Fishbone*

Hasil identifikasi sumber ketidakpastian pengukuran pada metode pengukuran TSS (SNI 06-6989.3-2004) dengan cara *fishbone* tertera pada Gambar 2.



Gambar 2. Identifikasi penyumbang ketidakpastian dengan cara *fishbone*.

### Kadar *Total Suspended Solid* (TSS)

Hasil pengukuran kadar TSS adalah sebagai berikut:

$$TSS \text{ (mg/L)} = \frac{(B - A)}{V_s \text{ (mL)}} \times 1000$$

$$TSS \text{ (mg/L)} = \frac{(117,6 - 115,6)}{100} \times 1000$$

$$= 20 \text{ mg/L}$$

A : Kertas saring kosong = 115,6 mg

B : Kertas saring kosong + sampel (bobot tetap) = 117,6 mg

Vs: Volume sampel = 100 mL

### Ketidakpastian Pengukuran

Kategori komponen ketidakpastian dalam penentuan TSS (SNI 06-6989.3-2004) dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Kategori komponen ketidakpastian dalam penentuan TSS (SNI 06-6989.3-2004)

Komponen ketidakpastian	Tipe	Sumber data
Kalibrasi neraca	B	Sertifikat kalibrasi
Kalibrasi gelas ukur	B	Sertifikat kalibrasi
Koefisien muai gelas ukur	B	Variasi suhu ruangan
<i>Repeatability</i>	A	Pengulangan pengukuran
Kalibrasi oven	B	Sertifikat kalibrasi

Penentuan tipe ketidakpastian baku dalam masing-masing komponen:

- 1) Penimbangan kertas saring kosong
  - Dalam sertifikat kalibrasi timbangan diperoleh ketidakpastian =  $\pm 0,22$  mg dengan tingkat kepercayaan 95%.

Ketidakpastian baku timbangan adalah:

$$u = \frac{0,22}{2} = 0,11 \text{ Tipe B, Distribusi normal}$$

- Nilai resolusi timbangan = 0,0001 g
- Ketidakpastian baku dari resolusi timbangan =

$$u = \frac{0,11}{\sqrt{3}} = 0,057735 \text{ Tipe B, Distribusi segi empat}$$

Jadi nilai ketidakpastian baku untuk penimbangan kertas saring kosong =

$$u1 = \sqrt{(0,11)^2 + (0,057735)^2}$$

$$u1 = \sqrt{0,015433333}$$

$$u1 = 0,124230$$

## 2) Volume sampel

- Dalam sertifikat kalibrasi gelas ukur 100 mL diperoleh ketidakpastian = ± 0,5 mL dengan tingkat kepercayaan 95%.

Ketidakpastian baku gelas ukur adalah:

$$u = \frac{0,5}{2} = 0,25 \text{ Tipe B, Distribusi normal}$$

- Variasi suhu laboratorium = 5°C
- Nilai koefisien muai = 0,00021°C
- Ketidakpastian baku dari volume sampel air =

$$u = \frac{0,00021}{\sqrt{3}} = 0,000121244 \text{ Tipe B, Distribusi segi empat}$$

Distribusi segi empat

Jadi nilai ketidakpastian baku untuk penimbangan kertas saring kosong + sampel =

$$u2 = \sqrt{(0,0625)^2 + (0,47E-08)^2}$$

$$u2 = \sqrt{0,06250015}$$

$$u2 = 0,250000029$$

## 3) Penimbangan kertas saring + TSS

- Dalam sertifikat kalibrasi timbangan diperoleh ketidakpastian = ± 0,22 mg dengan tingkat kepercayaan 95%.

Ketidakpastian baku timbangan adalah:

$$u = \frac{0,22}{2} = 0,11 \text{ Tipe B, Distribusi normal}$$

- Nilai resolusi timbangan = 0,0001 g
- Ketidakpastian baku dari resolusi timbangan =

$$u = \frac{0,1}{\sqrt{3}} = 0,057735 \text{ Tipe B, Distribusi segi empat}$$

Jadi nilai ketidakpastian baku untuk penimbangan cawan kosong =

$$u3 = \sqrt{(0,11)^2 + (0,057735)^2}$$

$$u3 = \sqrt{0,015433333}$$

$$u3 = 0,12423$$

## 4) Pengeringan dalam oven

- Dalam sertifikat kalibrasi oven diperoleh ketidakpastian = ± 1,46°C dengan tingkat kepercayaan 95%.

Ketidakpastian baku oven adalah:

$$u = \frac{1,46}{2} = 0,73 \text{ Tipe B, Distribusi normal}$$

- Nilai resolusi oven = 2°C
- Ketidakpastian baku dari resolusi oven =

$$u = \frac{2}{\sqrt{3}} = 1,15470 \text{ Tipe B, Distribusi segi empat}$$

Jadi nilai ketidakpastian baku untuk pengeringan sampel

$$u4 = \sqrt{(0,73)^2 + (1,15470)^2}$$

$$u4 = \sqrt{1,866233333}$$

$$u4 = 1,36610$$

## 5) Repeatability

Penentuan *repeatability* TSS dilakukan pengukuran air laut sebanyak tujuh kali dengan hasil tercantum pada Tabel 2.

Tabel 2. Nilai *repeatability* TSS pada air laut

Kode sampel	Bobot kosong (mg)	Bobot kosong + residu (mg)	TSS (mg/L)
1	114,9	116,8	19,00
2	115,9	117,8	19,00
3	115,9	117,9	20,00
4	117,3	119,2	19,00
5	116,7	118,8	21,00
6	115,6	117,5	19,00
7	115,6	117,6	20,00
	Rata-rata		19,67
	SD		0,8165
	RSD (%)		4,0201

Berdasarkan data pada Tabel 2, maka nilai ketidakpastian untuk *repeatability* adalah:

$$u5 = \frac{0,8165}{\sqrt{7}} = 0,308607992$$

**Perhitungan Ketidakpastian Gabungan:**

$$\begin{aligned}
 &= u_{\text{Gab}} \sqrt{\left(\frac{u1}{\text{kertas ksg}}\right)^2 + \left(\frac{u2}{\text{sampel}}\right)^2 + \left(\frac{u3}{\text{kertas + TSS}}\right)^2 + \left(\frac{u4}{\text{oven}}\right)^2 + \left(\frac{u5}{\text{repeat}}\right)^2} \times \text{Kons TSS} \\
 &= u_{\text{Gab}} \sqrt{\left(\frac{0,124230}{115,6}\right)^2 + \left(\frac{0,2500}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,124230}{114,6}\right)^2 + \left(\frac{1,36610}{105}\right)^2 + \left(\frac{0,308607992}{7}\right)^2} \times 20 \\
 &= u_{\text{Gab}} \sqrt{(0,0010746)^2 + (0,0025)^2 + (0,00105638)^2 + (0,0130)^2 + (0,044086856)^2} \times 20 \\
 u_{\text{Gab}} &= \sqrt{0,002121445} \times 20 \\
 u_{\text{Gab}} &= 0,046059142 \times 20 \\
 u_{\text{Gab}} &= 0,921182846
 \end{aligned}$$

**Estimasi ketidakpastian yang diperluas (U)**

Penentuan ketidakpastian yang diperluas diperoleh dengan mengalikan ketidakpastian gabungan  $u_{\text{Gab}}$  dengan faktor cakupan  $k = 2$  untuk tingkat kepercayaan 95%. Sehingga nilai ketidakpastian yang diperluas adalah:  $U = 2 \times u_{\text{Gab}} = 2 \times (0,921182846) = 1,84$ . Konsentrasi sampel yang terukur adalah 20 mg/L, sehingga pelaporan dalam laporan hasil uji adalah  $20 \pm 1,84$  mg/L TSS. Artinya dalam satu liter sampel terdapat 20 mg TSS dengan probabilitas rentang 18,16-21,84 mg. Rentang tersebut masih tergolong wajar, rentang ketidakpastian dapat dipesempit dengan meningkatkan spesifikasi alat atau instrument yang digunakan dan ketelitian analisis yang mengerjakan.

**Pelaporan Ketidakpastian**

Dari perhitungan ketidakpastian TSS, diperoleh nilai ketidakpastian diperluas sebesar  $\pm 1,84$

**KESIMPULAN**

Nilai ketidakpastian gabungan dalam metode pengukuran TSS dengan SNI 06-6989.3-2004 di Laboratorium Pengujian Kualitas Air BRPBAPPP sebesar 0,921182846 mg/L. Estimasi ketidakpastian

diperluas dalam pelaporan hasil ditulis (U) yaitu 1,84 mg/L TSS. Rentang ketidakpastian dapat dipesempit dengan meningkatkan spesifikasi alat atau instrument yang digunakan dan ketelitian analisis yang mengerjakan.

**UCAPAN TERIMA KASIH**

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Ibu Sri Redjeki Hesti Mulyaningrum, S.Si., M.Si. dan ibu Dian Wahyuni Basri, S.T. atas bimbingan dan arahnya dalam penulisan makalah ini, serta teman-teman analisis di Laboratorium Pengujian Kualitas Air yang membantu dalam pelaksanaan kegiatan ini.

**DAFTAR ACUAN**

Anonim. (2004). SNI 06-6989.3-2004. Air dan Air limbah. Bagian 3: Cara uji padatan suspensi total (Total suspended solid, TSS) secara gravimetri. BSN. Jakarta.

Anonim. (2008). SNI ISO/IEC 17025:2008 (Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi). BSN. Jakarta.

Pramono, U. (2014). Estimasi ketidakpastian pengukuran. BMD Street Consulting. Tangerang.