

ESTIMASI KETIDAKPASTIAN PENGUKURAN ANALISA AMINE CONTENT MENGGUNAKAN METODE KARL FISCHER PT. TITIS SAMPURNA LPG PRABUMULIH

Amiliza Miarti^{1)*}

¹⁾ Program Studi Teknik Analisis Laboratorium Migas Politeknik Akamigas Palembang
*correspondence email : mia@pap.ac.id

Abstrak

Methyldiethanolamine (MDEA) atau yang sering disebut amine memiliki rumus $\text{CH}_3\text{N}(\text{C}_2\text{H}_4\text{OH})_2$ adalah suatu cairan kimia yang ketika dicampurkan dengan 50 % air mempunyai kemampuan untuk menyerap CO_2 dari suatu stream gas dan dapat dilepas kembali dengan memanaskan sampai di atas suhu penguapan air. *Amine* yang banyak mengandung CO_2 disebut rich amine. *Richamine* dipanaskan dengan tujuan untuk menghilangkan CO_2 yang kemudian disebut dengan *lean amine*. Pengujian pada amine content ini yaitu menggunakan metode *Karl Fischer Ucarsol Mettler Toledo* volumetri dengan larutan HCl 1 N sebagai titran. Metode ini sangat banyak memiliki kelebihan dibandingkan metode titrasi yang lainnya. Untuk mengetahui antara nilai benar yang sesungguhnya maka dilakukan uji ketidakpastian terhadap nilai yang ada pada saat pengujian. Uji ketidakpastian dilakukan sesuai dengan ringkasan estimasi yang telah ditetapkan pada tingkat kepercayaan 95 % . Dari hasil perhitungan ketidakpastian pengukuran bahwa *amine content* yang didapatkan pada *lean amine* sebesar $(32,6 \pm 1,43)$ % pada tingkat kepercayaan 95 % dengan rentang $(31,17 - 34,03)$ %, sedangkan pada *rich amine* sebesar $(32,6 \pm 1,54)$ % pada tingkat kepercayaan 95% dengan rentang $(31,06 - 34,14)$ %. Dimana dapat dikatakan bahwa nilai presisinya jelek karena > 2 %, sedangkan untuk nilai akurasinya baik karena nilai thitung $<$ ttabel.

Kata Kunci: *Amine Content, Karl Fischer, Nilai Presisi*

PENDAHULUAN

Indonesia adalah salah satu negara dengan cadangan gas alam terbesar di dunia setelah batubara dan minyak bumi. Indonesia memiliki potensi cadangan gas alam yang sangat melimpah. Salah satu perusahaan di Indonesia yang bergerak dalam pengolahan gas alam yaitu PT. Titis Sampurna. PT. Titis Sampurna adalah perusahaan yang mengolah gas alam dari Air Sedang-Beringin untuk dijadikan produk LPG (*Liquefied Petroleum Gas*), *condensate*, dan *lean gas* yang di suplai ke PT. Pupuk Sriwidjaja Palembang. Gas alam diperoleh dari proses pengeboran minyak bumi. Gas alam yang diperoleh masih banyak mengandung kontaminan seperti karbon dioksida (CO_2) sehingga diperlukan proses pengolahan lebih lanjut (Manual Book Process PT. Titis Sampurna, 2001).

Gas alam harus diproses agar dapat dipasarkan untuk memisahkan senyawa yang merugikan atau membahayakan seperti karbon dioksida (CO_2). Kandungan CO_2 akan menurunkan nilai bahan bakar gas atau *Gross Heating Value (GHV)* dan dapat menyebabkan korosi. Salah satu senyawa yang digunakan sebagai absorber dalam pengoperasian gas adalah senyawa amine. Senyawa *amine* yang digunakan di CO_2 removal di PT. Titis Sampurna yaitu *methyldiethanolamine*.

Methyldiethanolamine (MDEA) atau sering disebut amine adalah suatu cairan kimia yang ketika dicampurkan dengan 50% air mempunyai kemampuan untuk menyerap CO_2 dari suatu stream gas dan dapat dilepas kembali dengan memanaskan sampai di atas suhu penguapan air. *Amine* yang banyak

mengandung CO₂ disebut *rich amine*. *Rich amine* dipanaskan dengan tujuan untuk menghilangkan CO₂ yang kemudian disebut dengan *lean amine*. Penentuan amine content dilakukan terhadap sampel amine, yaitu sampel yang berasal dari amine regenerator sistem di PT. Titis Sampurna. Penentuan amine content pada sampel *amine* di laboratorium PT. Titis Sampurna sering dilakukan menggunakan metode titrimetri akan tetapi di PT. Titis Sampurna memiliki alat baru yaitu *Karl Fischer* yang akan digunakan untuk penentuan *amine content*, oleh karena itu perlu dilakukan penentuan *amine content* dalam sampel amine menggunakan metode *Karl Fischer* (Manual Book Process PT. Titis Sampurna, 2001). Suatu pengukuran pasti ada faktor kesalahan, sebab nilai yang dihasilkan hanyalah merupakan nilai dugaan terhadap nilai sebenarnya, sehingga hasil pengukuran kurang dapat dipercaya karena tidak ada pernyataan kuantitatif kesalahan. Setiap pengukuran meskipun telah dilakukan dengan sangat teliti, pasti akan memiliki ketidakpastian.

Dengan adanya pedoman mengenai ketidakpastian pengukuran yang telah berlaku, maka perbedaan metode penafsiran ketidakpastian pun bisa dihindari

METODOLOGI PENELITIAN

Pelaksanaan penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium PT. Titis Sampurna LPG Plant Limau Timur Prabumulih. Pelaksanaan kegiatan ini berlangsung dari tanggal 04 Oktober 2021 sampai dengan tanggal 04 November 2021.

Metode yang digunakan pada penelitian ini yaitu studi lapangan (*Observasi*). Dengan cara mengumpulkan data yang diperoleh langsung dari lapangan. Pada saat melaksanakan pengumpulan data menggunakan prosedur kerja yang telah ditentukan oleh Laboratorium PT. Titis Sampurna LPG Plant Limau Timur Prabumulih. Kemudian data yang diperoleh dalam penyusunan Laporan juga bisa didapat dari kegiatan tanya jawab yang bersumber dari pembimbing dan teknisi laboratorium yang bekerja di Laboratorium PT. Titis Sampurna LPG Plant Limau Timur Prabumulih.

Metoda Pengujian

UCARSOL *Karl Fischer* METTLER TOLEDO

Peralatan dan Bahan

1. Timbangan Analitik (minimal resolusi 0,1 mg)
2. *Syringe* panjang dengan jarum kecil
3. *Reagen Karl Fischer* untuk penentuan kandungan air
4. *Beaker* gelas

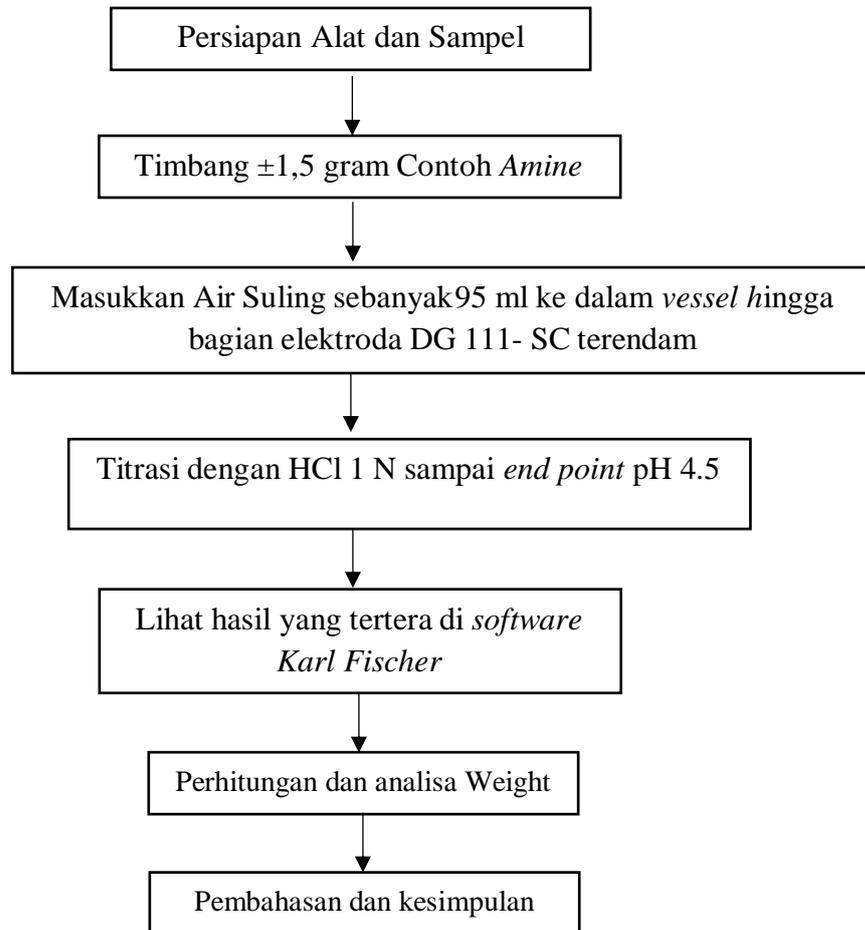
Bahan

1. Contoh *amine*
2. HCl 1 N
3. Air Suling

Prosedur Kerja

Air Suling dimasukkan ke dalam *vessel* sebanyak 95 ml hingga bagian elektroda DG 111-SC terendam. Metode penentuan *amine content* dipilih untuk menjalankan proses *conditioning* sampai alat dalam keadaan siap digunakan (stabil). Sampel *amine* sebanyak $\pm 1,5$ gram dimasukkan ke dalam *vessel*. Pengukuran ditunggu hingga selesai yang ditandai dengan volume HCl yang digunakan untuk menitrasi sampel tertera pada *software Karl Fischer* dan terdapat perintah memasukkan bobot sampel. Bobot yang tertera di *display neraca* di input.

Skema Pengujian Parameter *amine content*



Gambar 1. Skema Pengujian Parameter *amine content*

HASIL DAN PEMBAHASAN

Ketidakpastian Baku Asal Kalibrasi

Ketidakpastian ini berdasarkan evaluasi ketidakpastian baku tipe-B yang diperoleh dengan serangkaian pengukuran yang biasanya didasarkan pada membenaran secara ilmiah menggunakan semua informasi yang relevan seperti data pengukuran sebelumnya, serta pembacaan alat ukur dan data sertifikasi kalibrasi. Perhitungan ketidakpastian baku asal kalibrasi ini ditentukan dengan distribusi segiempat atau rectangular.

a. Kalibrasi Timbangan Analitik

Berdasarkan prosedur untuk timbangan analitik mempunyai minimal resolusi 0,1 mg dengan nilai toleransi $\pm 0,05$ mg pada tingkat kepercayaan 95 % maka dapat ditentukan sebagai berikut :

Perhitungan Ketidakpastian

Pengukuran Amine Content

$$\mu_{A_{na}} = A_{na} / \sqrt{3} = 0,05 / \sqrt{3} = 0,0288 \text{ mg (evaluasi tipe-B)}$$

Efek suhu ruangan yang bervariasi $20 \pm 4^\circ\text{C}$ terhadap sampel dan alat.

$$\begin{aligned} \text{Maka : } \mu ES &= \frac{T.Y.Rna}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{4^{\circ}\text{C} \times 0,00021 \times 0,1 \text{ mg}}{\sqrt{3}} \\ &= 0,00004 \text{ mg} \end{aligned}$$

Maka kuantifikasi ketidakpastian pengukuran asal kalibrasi timbangan analitik sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \mu A_{ii} &= \sqrt{(\mu Ana)^2 + (\mu ES)^2} \\ \mu A_{ii} &= \sqrt{(0,0288)^2 + (0,00004)^2} \\ &= 0,0288 \text{ mg} \end{aligned}$$

b. Kalibrasi Beaker Gelas

Berdasarkan pengujian amine content beaker gelas yang digunakan mempunyai volume sebesar 150 ml dengan beaker gelas kelas A pabrikan pyrex dengan kalibrasi toleransi sebesar $\pm 0,0054$ ml pada tingkat kepercayaan 95 % maka dapat ditentukan sebagai berikut:

$$\mu ABG = ABG / \sqrt{3} = 0,0054 = 0,0031 \text{ ml} \quad (\text{evaluasi tipe-B})$$

Efek suhu ruangan yang bervariasi $20 \pm 4^{\circ}\text{C}$ Efek suhu ruangan yang bervariasi $20 \pm 4^{\circ}\text{C}$ terhadap sampel dan alat terhadap sampel dan alat.

Maka

$$\begin{aligned} \mu ES &= \frac{T.Y.V_{bg}}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{4^{\circ}\text{C} \times 0,0021 \times 150 \text{ ml}}{\sqrt{3}} = 0,0727 \text{ ml} \end{aligned}$$

Maka kuantifikasi ketidakpastian pengukuran asal kalibrasi beaker gelas sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \mu A_{iii} &= \sqrt{(\mu A_{BG})^2 + (\mu_{ES})^2} \\ &= \sqrt{(0,0031)^2 + (0,0727)^2} \\ &= 0,0727 \text{ ml} \end{aligned}$$

Ketidakpastian Baku Gabungan atau Kombinasi

Ketidakpastian baku gabungan diambil untuk mewakili taksiran standar deviasi dari hasil pengukuran yang diperoleh dengan menggabungkan ketidakpastian tipe-A dan ketidakpastian tipe-B.

Ketidakpastian Baku Gabungan pada Lean Amine

Ketidakpastian Baku Gabungan atau Kombinasi

Ketidakpastian baku gabungan diambil untuk mewakili taksiran standar deviasi dari hasil pengukuran yang diperoleh dengan menggabungkan ketidakpastian tipe-A dan ketidakpastian tipe-B.

Ketidakpastian Baku Gabungan pada Lean Amine

$$\begin{aligned} \mu_c &= \sqrt{(\mu A_i)^2 + (\mu A_{ii})^2 + (\mu A_{iii})^2} \\ &= \sqrt{(0,7130)^2 + (0,0727)^2 + (0,0288)^2} \\ &= 0,7172\% \text{ Weight Amine Content} \end{aligned}$$

Ketidakpastian Baku Gabungan pada Rich Amine

$$\begin{aligned}\mu_c &= \sqrt{(\mu A_i)^2 + (\mu A_{ii})^2 + (\mu A_{iii})^2} \\ &= \sqrt{(0,7676)^2 + (0,0727)^2 + (0,0288)^2} \\ &= 0,7715 \% \text{ Weight Amine Content}\end{aligned}$$

Ketidakpastian Baku Bentangan

Ketidakpastian baku bentangan merupakan ukuran ketidakpastian yang diperlukan untuk memenuhi kemungkinan yang memadai, yang diperoleh dari perkalian antara ketidakpastian baku gabungan dengan nilai tingkat kepercayaan.

Nilai tingkat kepercayaan akan berubah sesuai dengan tingkat kepercayaan yang dipilih. Sedangkan untuk tingkat kepercayaan pada 95 % nilai $k = 1,96$ atau sama dengan 2. Berikut hasil data dari analisa amine content pada lean amine dan rich amine:

Lean Amine

$$\begin{aligned}U &= \mu_c \times k = 0,7172 \times 2 \\ &= 1,43\% \text{ Weight Amine Content}\end{aligned}$$

Rich Amine

$$\begin{aligned}U &= \mu_c \times k = 0,7715 \times 2 \\ &= 1,54\% \text{ Weight Amine Content}\end{aligned}$$

Pelaporan Ketidakpastian Hasil Uji

Lean Amine

Hasil Uji = $32,6 \pm 1,43\%$ Weight Amine Content

Pada tingkat kepercayaan 95 %

Rentang nilai = 31,17 - 34,03 % Weight Amine Content

Rich Amine

Hasil Uji = $32,6 \pm 1,54\%$ Weight Amine Content

Pada tingkat kepercayaan 95%.

Rentang nilai = 31,06 - 34,14 % Weight Amine Content

Pada percobaan pengumpulan data ini bahwa sampel yang diambil adalah sampel amine dimana *methyldiethanolamine (MDEA)* atau sering disebut *amine* menurut zainuddin.2021 menyatakan bahwa amine merupakan “suatu cairan kimia yang ketika dicampurkan dengan 50% air mempunyai kemampuan untuk menyerap CO_2 dari suatu stream gas dan dapat dilepas kembali dengan memanaskan sampai di atas suhu penguapan air”. Gas alam yang masih banyak mengandung CO_2 akan direaksikan dengan MDEA dalam suatu kontaktor sehingga akan terjadi reaksi. Reaksi antara MDEA dengan CO_2 . Amine yang banyak mengandung CO_2 disebut rich amine. Proses regenerasi akan dilakukan pada rich amine untuk menghasilkan gas alam yang bebas dari kontaminan, larutan ini disebut dengan *lean amine*.

Lean amine hasil regenerasi kemudian ditentukan nilai *amine content* (zainuddin.2021). Nilai *amine content* ditentukan menggunakan metode *Karl Fischer* dengan larutan HCl 1N sebagai titran. Namun di perusahaan ini juga memiliki metode titrimetri manual tetapi sangat banyak kelemahannya yaitu harus adanya indikator untuk mengetahui titik akhir dan memerlukan waktu yang lama untuk pengujian, sedangkan untuk metode *Karl Fischer* ini memiliki berbagai kelebihan diantaranya memiliki ketelitian lebih tinggi dibandingkan metode titrimetri, praktis, dan proses pengujian cepat yaitu rata-rata hanya 1-3 menit per sampel dan itulah alasan perusahaan menggunakan metode *Karl Fischer* dibandingkan metode titrimetri manual.

Metode *Karl Fischer* dilakukan berdasarkan pada volumetri dengan prinsip titrasi. Titrasi *Karl Fischer* terbagi menjadi dua jenis metode, yaitu volumetri dan koulometri (fardiaz,2009) Metode koulometri sebenarnya hanya digunakan untuk penentuan kadar air yang sangat rendah dan dianggap sebagai metode penelusuran. Titrasi *Karl Fischer* volumetri yaitu jenis titrasi yang digunakan pada percobaan pengumpulan data ini. Cara titrasi volumetri digunakan untuk pengukuran kadar air yang tinggi dan untuk penentuan amine content antara (35-45)%, pada titrasi *Karl Fischer* meninjau jumlah HCl yang ditambahkan (deandra.2018). Dimana untuk jumlah HCl yang digunakan sebanyak 5 ml sudah mencapai pH 4,5 yaitu merupakan titik akhir pH.

Ketidakpastian adalah parameter yang menetapkan rentang nilai yang didalamnya diperkirakan nilai benar yang diukur (mara,2015). Adapun tujuan dari menghitung nilai ketidakpastian yaitu untuk mengetahui rentang nilai yang didalamnya diperkirakan rentang nilai benar dari pengujian yang dilakukan. Pada metode *Karl Fischer* ini didapatkan data penentuan amine content, titik akhir titrasi yang terjadi menandakan bahwa HCl yang berlebih pada elektroda DG 111-SC yang bertindak sebagai indikator (Sonjaya, dkk, 2019). Penentuan amine content dapat dihitung sebanyak 11 kali percobaan dengan masing-masing hasil yang berbeda dan dalam interval hari yang berurutan (zainuddin.2021). Data yang diambil dimulai dari tanggal 02 Oktober 2021 sampai dengan 12 Oktober 2021. Untuk analisa *amine content* ini dalam *lean amine* dan *rich amine* didapatkan bahwa nilai presisinya kurang baik karena $> 2\%$. Sedangkan untuk nilai akurasi yaitu baik karena nilai t hitung lebih kecil dibandingkan dengan t tabel. Untuk pelaporan hasil uji pada analisa amine content pada *lean amine* di dapatkan nilai sebesar $(32,6 \pm 1,43)\%$ *Weight Amine Content* pada tingkat kepercayaan 95 %, sehingga diperoleh rentang nilai sebesar $(31,17 - 34,03)\%$ *Weight Amine Content*, sedangkan pada *rich amine* didapatkan nilai benar sebesar $(32,6 \pm 1,54)\%$ *Weight Amine Content* pada tingkat kepercayaan 95 % , sehingga diperoleh rentang nilai sebesar $(31,06 - 34,14)\%$ *Weight Amine Content*. Selain itu juga didapatkan nilai benar dari tipe-A maupun tipe- B yang didistribusikan kedalam ketidakpastian baku gabungan. Menurut deandra.2018 “Jika didapatkan hasil *amine Content* rendah, hal itu kemungkinan disebabkan adanya penambahan H₂O ataupun faktor gas yang dapat menurunkan hasil *amine content*, meski demikian masih tetap bisa untuk diperiksa di dalam laboratorium”. Diterima atau tidaknya spesifikasi data itu, akan menjadi tanggung jawab operator.

Dalam menentukan nilai ketidakpastian banyak faktor yang mempengaruhi, antara lain sampel yang merupakan komponen ketidakpastian yang mempengaruhi nilai hasil akhir, semakin tinggi hasil *amine content* yang didapatkan maka semakin tinggi pula nilai ketidakpastiannya dan semakin banyak data yang memenuhi syarat maka semakin mudah pula untuk mencari nilai benar dari uji ketidakpastian pengukurannya (Mara, 2015). Ketelitian analisis juga dapat mempengaruhi hasil analisa percobaan. apalagi jika sedang dalam kondisi tidak baik dan kecerobohan karena sifat yang sering mengabaikan prosedur kerja. Dari perhitungan analisa diatas didapatkan kesimpulan bahwa data hasil yang sesungguhnya tidak jauh berbeda dengan hasil uji ketidakpastiannya (zainuddin.2021). Artinya metode *Karl Fischer* ini menunjukkan metode yang bagus untuk pengujian *amine content* walaupun baru tetapi

bisa dijadikan analisis rutin di laboratorium jika persediaan sampel *amine* yang memadai dari pihak operator dan tidak terjadi *shutdown* pada *amine* sendiri.

KESIMPULAN

Amine content terdiri dari 2 kandungan yaitu lean amine dan rich amine dengan hasil yang berbeda-beda. Hasil analisa pada amine content ini semuanya hampir mencapai rentang yang telah ditetapkan yakni (35 – 45) %. Metode yang digunakan dalam pengujian amine content ini adalah metode *UCARSOL Karl Fischer METTLER TOLEDO*. Cara kerja dari metode *Karl Fischer* ini juga dianggap sangat cepat, mudah, dan lebih akurat dibandingkan *titrimetric* manual. Penentuan nilai presisi dan akurasi ketidakpastian pengukuran analisa *amine content* pada *lean amine* dan *rich amine* itu ditentukan dengan berurutan sesuai dengan ringkasan estimasi ketidakpastian. Untuk hasil dari pengujian amine content dapat diketahui bahwa nilai presisi pada lean amine 93,69 % artinya > 2 % maka dapat dikatakan presisinya kurang baik, sedangkan pada *rich amine* nilai presisinya 93,02% artinya > 2 % maka dikatakan presisinya juga kurang baik karena tidak jauh berbeda nilai presisinya lean amine. Sedangkan untuk hasil dari pengujian *amine content* dapat diketahui bahwa nilai akurasi pada *lean amine* yakni $t_{hitung} < t_{tabel} = 0,93 < 2,23$ dapat disimpulkan bahwa nilai akurasinya bagus, sedangkan pada *rich amine* $t_{hitung} < t_{tabel} = 2,12 < 2,23$ dapat disimpulkan bahwa nilai akurasinya baik artinya antara hasil analisis dibandingkan dengan nilai teoritis tidak berbeda secara signifikan.

DAFTAR PUSTAKA

- Bogi In Teknologi. 2021. Apa Bedanya antara Akurasi dan Presisi. Diakses pada 06 Juni 2022. <https://nyomankarna.id/2021/%2001/31/apa-bedanya-akurasi-%20dan-presisi/>
- Denidaulida, Deandra.2018. Tingkat Kepercayaan dan Tingkat Signifikansi. Diakses pada 06 Juni 2022. https://lab_adrk.ub.ac.id/id/tingkat-kepercayaan-confidence-level-dan-tingkat-signifikansisignificance-level/.
- Fatoni,Zainuddin.2021. *Diktat Ketidakpastian Pengukuran (Measurement Uncertainty)*. Palembang: Politeknik Akamigas Palembang.
- Fardiaz, D., N.L. Puspitasari, dan C.H. Wijaya. (2009). *Analisis Pangan (Monograf)*. Bogor: Laboratorium Kimia dan Biokimia Pangan, PAU Pangan dan Gizi, IPB
- Mara, M., & Kurniawan, A. (2015). *Analisa Pemurnian Minyak Pelumas Bekas dengan Metode Acid And Clay*. Jurnal Dinamika Teknik Mesin. 5(2). 106-112.
- PT. Titis Sampurna . 2001. *Manual book* PT. Titis Sampurna LPG Plant Limau Timur. Prabumulih.
- PT. Titis Sampurna. 2021. *Standard Operating Procedure Karl Fischer*. Prabumulih.
- PT. Inti Alam Kimia. 2015. Methyl-diethanolamine (MDEA). Diakses pada 06 Juni 2022. <https://www.intialamkimia.com/product/methyl-diethanolamine/>
- Sonjaya, A. N., & Rahmasari, F. (2019). *Pengujian Pelumas menggunakan alat Karl Fischer titrator*. Jurnal Teknologi, 7(1), 76-85.
- Tiranda, Nova. 2021. *Perbandingan Hasil Analisa Amine Content pada Sampel Lean Amine dengan Metode Titrimetri dan Karl Fischer*. Bogor : Politeknik AKA Bogor.
- Thoha, Y. M. dan Fajrin, E. D. (2010). *Analisa Amine Content Menggunakan Metode Karl Fischer* . Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sriwijaya, No.1, Vol. 17, Januari 2011