

**PENGEMBANGAN METODE RAPID TEST PREPARATION DALAM PENENTUAN KADAR  
INHERENT MOISTURE DAN TOTAL SULFUR DENGAN METODE YANG DIPERGUNAKAN OLEH  
ISO (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION)**

**DEVELOPMENT OF RAPID TEST METHOD IN DETERMINATION OF INHERENT MOISTURE  
CONCENTRATION AND TOTAL SULFUR WHICH USED BY THE ISO (INTERNATIONAL  
ORGANIZATION OF STANDARDIZATION)**

Lumban Gaol Veronica Destiana<sup>1\*</sup>, Aman Sentosa Panggabean<sup>1</sup>, Rudi Kartika<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Mulawarman, Samarinda

\*Corresponding Author: [nicavero234@yahoo.com](mailto:nicavero234@yahoo.com)

**ABSTRACT**

*The research about development of rapid test method in determination of inherent moisture concentration and total sulfur which used by the ISO (International Organization for Standardization) has been done. This research aims to determine is the rapid test method could be use to analyze inherent moisture and total sulfur to determine analytical performance of the rapid test. Parameters of the validation used in this research are accuracy which described in percent of recovery as the percent of recovery of inherent moisture are 99,98 % and total sulfur value are 98,57 %, precision described in coefficient of variant which gained in inherent moisture are 0,49% and total sulfur value are 4,1%. Robustness of method are described in variation of drying time, which accuracy and precision does not affected to time variation in preparation. The results show that rapid test method can be used for alternative method which used by the ISO.*

**Keywords:** Rapid test, Inherent moisture, Total sulfur

**PENDAHULUAN**

Di Indonesia tersedia cadangan batubara dalam jumlah yang cukup melimpah dan diperkirakan mencapai 38,9 miliar ton. Dengan kualitas batubara yang baik dan dengan jumlah yang besar tersebut serta tingkat produksi saat ini, batubara dapat menjadi sumber energi bagi Indonesia selama ratusan tahun. Batubara pada masa mendatang mempunyai prospek yang cerah sebagai bahan bakar alternatif utama. Sejalan dengan perkembangan pemanfaatan batubara di Indonesia, para konsumen baik dari dalam negeri maupun konsumen asing menginginkan batubara dengan kualitas yang lebih baik [1]

Batubara adalah bahan bakar hidrokarbon padat yang terbentuk dari tumbuhan dalam lingkungan bebas oksigen yang dipengaruhi oleh panas dan tekanan yang berlangsung lama di alam dengan komposisi yang kompleks. Pada proses sedimentasi, batubara terbentuk dari material tumbuh-tumbuhan yang terendapkan di dalam suatu cekungan pada kondisi tertentu dan transformasi baik secara fisik, kimia dan biokimia [2]

Pada metode yang dipergunakan oleh ISO 13909-4:2001 sebagai acuannya dalam proses pemanasan membutuhkan waktu yang lama dan membuat kerugian pada produsen karena banyaknya waktu yang terbuang sehingga untuk membantu kegiatan di laboratorium dikembangkan metode baru yang disebut dengan *rapid test*. Sehingga metode

*rapid test* merupakan cara alternatif bagi laboratorium jasa analisa batubara agar pengerjaan parameter seperti *inherent moisture* dan *total sulfur* lebih cepat [3]. Namun, perkembangan metode ini perlu divalidasi dengan metode yang sudah baku atau metode standar. Validasi metode analisis adalah memastikan bahwa metode analisis yang akan digunakan sesuai dengan tujuan yang diinginkan [4]

Oleh karena itu penelitian mengenai pengembangan metode *rapid test* dengan parameter *inherent moisture* dan *total sulfur* dengan uji akurasi, presisi dan ketahanan metode perlu dilakukan agar laboratorium jasa dan analisa batubara dapat mengerjakan analisa tersebut dengan cepat, efisien dan data yang dihasilkan adalah data yang valid.

**METODOLOGI PENELITIAN**

**Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *branch scale*, *hammer crusher* dengan *output* partikel 4,75 mm, *rotary sample divider* (RSD), *drying oven*, baki aluminium, *analitical balance*, cawan tertutup, desikator, oven pengering, cawan dan tutupnya, spatula, LECO S-144 DR, *combustion boat* dan skop.

**Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel batubara, gas oksigen, gas nitrogen, *magnesium perchlorat anhydrous*.

## Preparasi Sampel

### Metode yang Dipergunakan Oleh ISO 13909-4:2001

Bongkahan sampel batubara disiapkan dan ditempatkan pada baki aluminium. Kemudian sampel batubara ditimbang sebanyak 1,5 kg. Lalu dimasukkan sampel batubara secara perlahan kedalam alat *hammer crusher*. Setelah sampel batubara berukuran 4,75 mm, sampel ditampung pada baki aluminium. Kemudian sampel batubara dihomogenkan dengan RSD, sampel dimasukkan ke dalam *hooper* tanpa melebihi kapasitas *hooper*. Setelah sampel terbagi merata *feeder* dimatikan kemudian alat RSD dimatikan. Setelah itu sampel ditampung pada baki aluminium. Setelah sampel homogen sampel dimasukkan dalam *drying oven* dengan suhu 40 °C selama 4 jam pemanasan. Kemudian sampel digiling menjadi ukuran 0,212 mm dengan menggunakan alat *pulvelizer*.

### Metode Rapid Test

Bongkahan sampel batubara disiapkan dan ditempatkan pada baki aluminium. Kemudian sampel batubara ditimbang sebanyak 1,5 kg. Lalu dimasukkan sampel batubara secara perlahan kedalam alat *hammer crusher*. Setelah sampel batubara berukuran 4,75 mm, sampel ditampung pada baki aluminium. Kemudian sampel batubara dihomogenkan dengan RSD, sampel dimasukkan ke dalam *hooper* tanpa melebihi kapasitas *hooper*. Setelah sampel terbagi merata *feeder* dimatikan kemudian alat RSD dimatikan. Setelah itu sampel ditampung pada baki aluminium. Setelah sampel homogen sampel dimasukkan dalam *drying oven* dengan suhu 150 °C selama 4 menit pemanasan. Kemudian sampel digiling menjadi ukuran 0,212 mm dengan menggunakan alat *pulvelizer*.

## Analisa Batubara

### Analisa *Inherent Moisture* ISO 11722

Cawan dan tutup cawan kosong lalu ditimbang kemudian ditimbang sampel batubara sebanyak 1 g ke dalam cawan. Masukkan cawan yang sudah berisi sampel ke dalam oven yang bersuhu 104 °C-110 °C dengan membuka tutup cawan tersebut terlebih dahulu dan letakkan di luar *dish* sesuai dengan urutannya. Kemudian panaskan

sampel selama 3 jam dengan dialiri gas nitrogen. Lalu keluarkan cawan yang berisi sampel tersebut dari oven dan kemudian tutup kembali cawan tersebut dengan segera. Lalu didinginkan dalam desikator selama 15 menit. Setelah dingin, timbang kembali cawan yang berisi sampel tersebut. Analisa *inherent moisture* dilakukan sebanyak sebanyak sepuluh kali.

### Analisa *Total Sulfur* ISO 19579

Sampel batubara ditimbang sebanyak 0,25 g ke dalam *combustion boat*, kemudian sampel dianalisa dengan instrumen LECO S-144 DR dengan mendorong *combustion boat* ke dalam *furnace* sampai menyentuh *boat stop*. Setelah analisa selesai *combustion boat* dikeluarkan dari dalam *furnace*. Analisa *total sulfur* dilakukan sebanyak sepuluh kali.

### Penentuan Ketepatan (Akurasi)

Akurasi metode analisa ditentukan dengan melakukan analisa sebanyak sepuluh kali. Tiap-tiap hasil yang didapatkan selanjutnya dibandingkan dengan nilai rata-rata pengulangan sepuluh kali yang didapat pada penentuan presisi metode analisa sebelumnya. Dengan kata lain nilai rata-rata tersebut digunakan sebagai acuan. Perbandingan tersebut ditunjukkan sebagai *%recovery*.

### Penentuan Ketelitian (Presisi)

Pengulangan analisa dilakukan sebanyak sepuluh kali. Presisi metode analisa dinilai berdasarkan *Coefficient of Variation* (CV) yang dihitung dari simpangan baku dibagi dengan nilai rata-rata dikalikan 100 %.

### Ketahanan Metode

Uji ketahanan metode dilakukan dengan memvariasikan kondisi analisis sedemikian rupa dan mengukur pengaruhnya terhadap presisi dan akurasi yang dicapai (setiap perubahan kondisi dilakukan satu kali analisis saja). Kondisi analisis yang divariasikan adalah lama waktu pengeringan yaitu pemanasan selama 6 menit dengan suhu 150 °C.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Penentuan Akurasi

**Tabel 1.** Data Hasil Penentuan Akurasi Metode ISO pada Analisis *Inherent Moisture*

Pengambilan Ke-	<i>Inherent Moisture</i> (b/b) (%)	<i>Recovery</i> (%)
1.	12.31	<b>100.41</b>
2.	12.29	<b>100.24</b>
3.	12.35	<b>100.73</b>

Pengambilan Ke-	<i>Inherent Moisture</i> (b/b) (%)	<i>Recovery</i> (%)
4.	12.26	<b>100</b>
5.	12.29	<b>100.24</b>
6.	12.27	<b>100.08</b>
7.	12.27	<b>100.08</b>
8.	12.24	<b>99.84</b>
9.	12.17	<b>99.27</b>
10.	12.20	<b>99.51</b>
Rata-rata	<b>12,26</b>	<b>100,04</b>

Pada penentuan akurasi metode yang dipergunakan oleh ISO, analisa dilakukan sebanyak sepuluh kali. Akurasi dianggap baik berada pada toleransi perolehan kembali (% *recovery*) 10 %

dalam range 90-110 % [5]. Pada tabel di atas diketahui bahwa nilai % *recovery* yang didapat adalah 100,04 %, sehingga nilai tersebut terdapat dalam range yang ditetapkan yaitu 90-110 %.

**Tabel 2.** Data Hasil Penentuan Akurasi *Rapid Test* pada Analisis *Inherent Moisture*

Pengambilan Ke-	<i>Inherent Moisture</i> (b/b) (%)	<i>Recovery</i> (%)
1.	12.34	<b>100.41</b>
2.	12.38	<b>100.73</b>
3.	12.35	<b>100.49</b>
4.	12.33	<b>100.32</b>
5.	12.30	<b>100.08</b>
6.	12.27	<b>99.84</b>
7.	12.25	<b>99.67</b>
8.	12.24	<b>99.59</b>
9.	12.21	<b>99.35</b>
10.	12.21	<b>99.35</b>
Rata-rata	<b>12,29</b>	<b>99,98</b>

Pada penentuan akurasi metode *rapid test*, analisa dilakukan sebanyak sepuluh kali. Pada tabel di atas diketahui bahwa nilai % *recovery* yang didapat

99,98 %, nilai tersebut terdapat dalam range yang ditetapkan yaitu 90-110 %.

**Tabel 3.** Data Hasil Penentuan Akurasi Metode ISO pada Analisis *Total Sulfur*

Pengambilan Ke-	<i>Total Sulfur</i> (%)	<i>Recovery</i> (%)
1.	0.24	<b>109.09</b>
2.	0.23	<b>104.54</b>
3.	0.23	<b>104.54</b>
4.	0.22	<b>100</b>
5.	0.22	<b>100</b>
6.	0.22	<b>100</b>
7.	0.22	<b>100</b>
8.	0.22	<b>100</b>
9.	0.22	<b>100</b>
10.	0.22	<b>99.45</b>
Rata-rata	<b>0,22</b>	<b>100,76</b>

Pada penentuan akurasi metode yang dipergunakan oleh ISO, analisa dilakukan sebanyak sepuluh. Pada tabel diatas diketahui bahwa nilai % *recovery* 100,76

%, nilai tersebut terdapat dalam range yang ditetapkan yaitu 90-110 %.

**Tabel 4.** Data Hasil Penentuan Akurasi *Rapid Test* pada Analisis *Total Sulfur*

Pengambila n Ke-	<i>Total Sulfur</i> (%)	<i>Recovery</i> (%)
1.	0.20	<b>95,24</b>
2.	0.22	<b>104.76</b>
3.	0.21	<b>100</b>
4.	0.21	<b>100</b>
5.	0.21	<b>100</b>
6.	0.21	<b>100</b>
7.	0.21	<b>100</b>
8.	0.21	<b>100</b>
9.	0.20	<b>95,24</b>
10.	0.19	<b>90,48</b>
Rata-rata	<b>0,20</b>	<b>98,57</b>

Pada penentuan akurasi metode *rapid test*, analisa dilakukan sebanyak sepuluh kali. Pada tabel di atas

diketahui bahwa nilai *recovery* 98,57 % terdapat dalam range yang ditetapkan yaitu 90-110 %.

#### Penentuan Presisi

**Tabel 5.** Data Hasil Penentuan Presisi Metode ISO pada Analisa *Inherent Moisture*

Pengambilan Ke -	<i>Inherent Moisture</i> (b/b) (%)
1	12.31
2	12.29
3	12.35
4	12.26
5	12.29
6	12.27
7	12.27
8	12.24
9	12.17
10	12.20
Rata-rata	<b>12.26</b>
SD	<b>0.052</b>
% CV	<b>0.42</b>
$\frac{c}{2^{(1-0,5 \log c)}}$	<b><math>12.26 \times 10^{-2}</math></b>
	<b>2.7429</b>

Dalam penentuan presisi metode yang dipergunakan oleh ISO pada analisa *inherent moisture*. Berdasarkan hasil uji pada tabel diatas didapat % CV atau % RSD. Menurut Green (1996) syarat keterimaan untuk nilai % CV atau % RSD lebih kecil dari 5 % sehingga dapat disimpulkan bahwa metode tersebut memiliki ketelitian yang baik karena memenuhi syarat dari hasil penelitian % CV

yang didapat adalah 0,42 % dari nilai % CV yang diperoleh dibandingkan dengan CV Horwitz dengan konsentrasi analit % CV =  $2^{(1-0,5 \log c)}$ . Presisi suatu metode akan memenuhi syarat apabila % CV yang diperoleh dari percobaan lebih kecil dari dari % CV Horwitz di mana dari percobaan didapatkan 2,7429. Sehingga dapat disimpulkan bahwa metode uji yang digunakan mempunyai presisi yang baik.

**Tabel 6.** Data Hasil Penentuan Presisi *Rapid Test* Pada Analisa *Inherent Moisture*

Pengambilan Ke -	<i>Inherent Moisture</i> (b/b) (%)
1	12.34
2	12.38
3	12.35
4	12.33
5	12.30
6	12.27
7	12.25
8	12.24
9	12.21
10	12.21
Rata-rata	<b>12.29</b>
SD	<b>0.0607</b>
% CV	<b>0.49</b>
C	<b><math>12.29 \times 10^{-2}</math></b>
$2^{(1-0,5 \log c)}$	<b>2.7416</b>

Sama halnya dengan metode yang dipergunakan oleh ISO, dalam penentuan presisi metode *rapid test* pada analisa *inherent moisture*. Berdasarkan hasil uji pada tabel 4.8 di atas menunjukkan bahwa % CV 0.49 %

dan % CV lebih kecil dari dari  $2^{(1-0,5 \log c)}$  (% CV Horwitz), yaitu 0,49 % < 2,7416. Sehingga dapat disimpulkan metode *rapid test* yang digunakan memiliki ketelitian yang baik.

**Tabel 7.** Data Hasil Penentuan Presisi Metode yang Dipergunakan oleh ISO pada Analisa *Total Sulfur*

Pengambilan Ke -	<i>Total Sulfur</i> (%)
1	0.24
2	0.23
3	0.23
4	0.22
5	0.22
6	0.22
7	0.22
8	0.22
9	0.22
10	0.21
Rata-rata	<b>0.22</b>
SD	<b>0.0088</b>
% CV	<b>4</b>
C	<b><math>0.22 \times 10^{-2}</math></b>
$2^{(1-0,5 \log c)}$	<b>5.0239</b>

Dalam penentuan presisi metode yang dipergunakan oleh ISO pada analisa *total sulfur*. Berdasarkan hasil uji pada tabel 4.9 di atas menunjukkan bahwa % CV 4 % dan % CV lebih kecil dari dari  $2^{(1-0,5 \log c)}$ , yaitu 4

% < 5,0239, sehingga dapat disimpulkan metode yang dipergunakan oleh ISO mempunyai presisi yang baik.

**Tabel 8.** Data Hasil Penentuan Presisi *Rapid Test* pada Analisa *Total Sulfur*

Pengambilan Ke -	<i>Total Sulfur</i> (%)
1	0.20
2	0.22
3	0.21
4	0.21
5	0.21
6	0.21
7	0.21
8	0.21
9	0.20
10	0.19
Rata-rata	<b>0.21</b>
SD	<b>0.0088</b>
% CV	<b>4,2</b>
$c$	<b><math>0.21 \times 10^{-2}</math></b>
$2^{(1-0,5 \log c)}$	<b>5.0592</b>

Tabel di atas adalah tabel hasil analisa penentuan presisi *rapid test* pada analisa *total sulfur*. Menunjukkan bahwa % CV 4,1 % dan % CV lebih kecil dari dari  $2^{(1-0,5 \log c)}$  yaitu 4,2% < 5,0592,

sehingga dapat disimpulkan metode *rapid test* yang digunakan mempunyai presisi yang baik dan memiliki ketelitian yang baik.

#### Ketahanan Metode

**Tabel 9.** Data Hasil Uji Ketahanan Metode Dalam Penentuan Akurasi Variasi Waktu Pengeringan 6 menit pada Analisa *Inherent Moisture*

Pengambilan Ke-	<i>Inherent Moisture</i> (b/b) (%)	<i>Recovery</i> (%)
1	11,40	<b>100,97</b>
2	11,40	<b>100,97</b>
3	11,32	<b>100,26</b>
4	11,32	<b>100,26</b>
5	11,30	<b>100,09</b>
6	11,28	<b>99,91</b>
7	11,24	<b>99,56</b>
8	11,22	<b>99,38</b>
9	11,20	<b>99,20</b>
10	11,29	<b>99,11</b>
Rata-rata	<b>11,29</b>	<b>99,97</b>

Dari hasil analisis table di atas didapat % *recovery* adalah 99,97 % dapat disimpulkan bahwa pada waktu yang telah divariasikan selama 6 menit, hasil yang

didapat mempunyai akurasi yang baik karena masih terdapat dalam range yang ditetapkan yaitu 90 %-110 %.

**Tabel 10.** Data Hasil Uji Ketahanan Metode Dalam Penentuan Akurasi Variasi Waktu Pengeringan 6 menit pada Analisa *Total Sulfur*

Pengambilan Ke-	<i>Total Sulfur</i> (%)	<i>Recovery</i> (%)
1	0,19	<b>105,56</b>
2	0,19	<b>105,56</b>
3	0,18	<b>100</b>
4	0,17	<b>94,44</b>
5	0,18	<b>100</b>
6	0,18	<b>95,24</b>
7	0,18	<b>100</b>
8	0,17	<b>94,44</b>
9	0,18	<b>100</b>
10	0,17	<b>94,44</b>
Rata-rata	<b>0,18</b>	<b>98,97</b>

Pada penentuan akurasi pada analisa *total sulfur* yang telah divariasikan waktunya yaitu selama 6 menit. Persen perolehan kembali yang didapatkan pada analisa *total sulfur* adalah 98,97 %. Dari hasil analisis tersebut

dapat disimpulkan bahwa pada waktu yang telah divariasikan selama 6 menit, hasil yang didapat mempunyai akurasi yang baik karena masih terdapat dalam range yang ditetapkan yaitu 90 %-110 %.

**Tabel 11.** Data Hasil Uji Ketahanan Metode Dalam Penentuan Presisi Variasi Waktu Pengeringan 6 Menit pada Analisa *Inherent Moisture*

Pengambilan Ke -	<i>Inherent Moisture</i> (b/b) (%)
1	11,40
2	11,40
3	11,32
4	11,32
5	11,30
6	11,28
7	11,24
8	11,22
9	11,20
10	11,19
Rata-rata	<b>11,29</b>
SD	<b>0,0758</b>
% CV	<b>0,67</b>
$c$	<b><math>11,29 \times 10^{-2}</math></b>
$2^{(1-0,5 \log c)}$	<b>2,7771</b>

Berdasarkan hasil uji tersebut menunjukkan bahwa % CV memiliki nilai 0,67 % yang berarti metode ini memiliki kestabilan yang baik terhadap variasi waktu yang diberikan karena memenuhi kriteria penerimaan yaitu kurang dari 5% dan % CV lebih kecil dari

$2^{(1-0,5 \log c)}$  yaitu  $0,67\% < 2,7771$ . Dari hasil yang diperoleh maka metode *rapid test* tidak terpengaruh terhadap variasi waktu yang diberikan karena nilai presisi yang didapatkan kurang dari 5 % dengan taraf kepercayaan 95 %.



**Tabel 12.** Data Hasil Uji Ketahanan Metode Dalam Penentuan Presisi Variasi Waktu Pengeringan 6 Menit pada Analisa *Total Sulfur*

Pengambilan Ke -	<i>Total Sulfur</i> (%)
1	0,19
2	0,19
3	0,18
4	0,17
5	0,18
6	0,18
7	0,18
8	0,17
9	0,18
10	0,17
Rata-rata	<b>0,18</b>
SD	<b>0,0075</b>
% CV	<b>4,2</b>
C	<b><math>0,18 \times 10^{-2}</math></b>
$2^{(1-0,5 \log c)}$	<b>5,1780</b>

Berdasarkan hasil uji tersebut menunjukkan bahwa % CV memiliki nilai 4,2 % berarti metode ini memenuhi kriteria penerimaan yaitu kurang dari 5 % dan % CV lebih kecil dari dari  $2^{(1-0,5 \log c)}$  yaitu 4,2 % < 5,1780.

Hasil penelitian yang diperoleh dengan variasi waktu selama 6 menit memiliki akurasi dan presisi yang baik maka metode *rapid test* berarti metode ini memiliki kestabilan yang baik terhadap variasi waktu yang diberikan hal ini ditunjukkan dari nilai akurasi yang didapat yaitu 98,97 % dan nilai presisi yang didapatkan kurang dari 5 % yaitu 4,2 % dengan taraf kepercayaan 95 %.

#### KESIMPULAN

Dari hasil penelitian pengembangan metode *rapid test preparation* dalam penentuan kadar *inherent moisture* dan *total sulfur* dengan metode yang dipergunakan oleh ISO Kinerja analitik akurasi dari metode yang dipergunakan oleh ISO untuk menganalisa *inherent moisture* yaitu 100,04 % dan pada metode *rapid test* yaitu 99,84 %. Akurasi *total sulfur* dari metode yang dipergunakan oleh ISO yaitu 100,76 % dan pada metode *rapid test* yaitu 98,57 %. Nilai akurasi memiliki perubahan nilai tersebut tidak lebih dari 3 %. Kinerja analitik presisi dari metode yang dipergunakan oleh ISO untuk menganalisa *inherent moisture* yaitu 0,42 % dan metode *rapid test* yaitu 0,49 %. Presisi *total sulfur* dari metode yang dipergunakan oleh ISO yaitu 4 % dan metode *rapid test* yaitu 4,2 %. Nilai presisi memiliki perubahan nilai yang tidak signifikan mengingat perubahan nilai tersebut tidak lebih dari 0,2 %. Kinerja analitik

ketahanan metode yang ditunjukkan dari akurasi yaitu 98,97 % dan presisi yaitu 4,2 %. Sehingga metode *rapid test* memiliki kestabilan yang baik terhadap variasi waktu yang diberikan.

Modifikasi metode yang dikembangkan dengan suhu 150 °C selama 4 menit dapat digunakan sebagai metode alternatif untuk penentuan analisa *inherent moisture* dan *total sulfur*.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Sukandarrumidi. 2005. *Batubara dan Pemanfaatannya*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- [2] Arief, I. 2012. *Analisis Kualitas Batubara Berdasarkan Nilai HGI Dengan Standar ASTM*. Bengkulu: Universitas Bengkulu.
- [3] Sari, E.W.L. 2016. *Validasi Metode Rapid Test Dalam Penentuan Total Moisture, Ash Content, Calorific Value (As Received) Pada Batubara Terhadap Standar ISO (International Organization For Standardization) Ukuran 3 mm (Studi Kasus Di PT. Kaltim Prima Coal) Di Kalimantan Timur*. Samarinda: Universitas Mulawarman.
- [4] Kantasubrata, J. 2012. *Validasi Metode. Pelatihan Pemahaman dan Penerapan SNI ISO/IEC 17025:2008 Pada Pengelolaan Laboratorium*. RC Chem Learning Centre. Bandung.
- [5] Green, M. J. 1996. *A Practocal Guide to Analytical Method Validation Anal*. Chein, News and Feature, May 1, Hal 305 A-309A.