

1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Butil klorida merupakan bahan baku pembuatan senyawa organometalik. Senyawa butil klorida digunakan sebagai bahan baku pembuat katalis polimerisasi etilen yaitu katalis *ziegler-natta*. Senyawa ini dapat membentuk katalis dengan ukuran yang kecil atau biasa disebut *finest*. Keberadaan *finest* ini akan meningkatkan aktifitas katalis dan mempersulit pengontrolan laju reaksi jika tersisa pada saat pembuatannya. Senyawa ini juga dapat mengganggu kinerja katalis jika kadarnya melebihi batas maksimal yaitu 10 mg/L sehingga harus dihilangkan. Penghilangan senyawa ini dapat dilakukan dengan pelarutnya yaitu heksana.

Pengecekan kadar butil klorida sisa pembuatan katalis *ziegler-natta* dapat dipantau dengan instrumen seperti Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) dan Kromatografi Gas (GC) (Kurniawan dan Luthfanyah 2016). Analisis kadar butil klorida menggunakan Kromatografi Gas (GC) secara umum dapat ditentukan melalui adisi standar, dengan terlebih dahulu membuat deret standar. Metode adisi standar merupakan penambahan sejumlah analit ke dalam larutan sampel kemudian dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit sebenarnya (Romsiah *et al.* 2017).

Kromatografi Gas merupakan metode pemisahan suatu campuran menjadi komponen-komponen berdasarkan interaksi fase gerak dan fase diam. Fase gerak berupa gas yang stabil sedangkan fase diam dapat berupa zat padat atau *Gas Solid Chromatography* (GSC) dan zat cair *Gas Liquid Chromatography* (GLC) (Sumolang *et al.* 2018). Prinsip Kromatografi Gas yaitu ketika fase gerak membawa sampel melewati fase diam sebagian komponen sampel akan lebih cenderung menempel ke fase diam dan bergerak lebih lama dari komponen lainnya, sehingga masing-masing komponen akan keluar dari fase diam pada waktu yang berbeda (Riyanto 2014).

Suatu laboratorium perlu melakukan uji yang dapat menunjukkan apakah laboratorium tersebut dapat melakukan pengujian dengan metode tertentu dengan memberikan hasil yang valid. Pengujian tersebut dibagi menjadi dua jenis, yaitu validasi dan verifikasi (Pirdaus *et al.* 2018). Verifikasi bertujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja. Hal ini dikarenakan laboratorium yang berbeda memiliki kondisi, kompetensi personil dan kemampuan peralatan yang berbeda sehingga kinerja antara satu laboratorium dengan laboratorium lainnya tidak sama. Verifikasi metode memiliki beberapa parameter yang menjadi tolak ukur diantaranya adalah presisi, akurasi (ketepatan), linearitas, batas deteksi (*Limit Of Detection/LOD*), dan batas kuantitasi (*Limit of Quantification/LOQ*) (Sukaryono *et al.* 2017).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, maka rumusan masalah yang diambil adalah verifikasi metode yang digunakan untuk menentukan layak atau tidaknya suatu metode sebagai metode analisis rutin. Verifikasi terdiri dari



beberapa pengujian yaitu linieritas, presisi, akurasi dan limit deteksi untuk membuktikan bahwa metode itu sudah baik. Metode ini digunakan untuk penghilangan butil klorida pada katalis *ziegler-natta* karena akan mengakibatkan terbentuknya katalis yang berbentuk kecil (*finest*).

1.3 Tujuan

Kegiatan bertujuan untuk memverifikasi metode penetapan kadar butil klorida pada katalis *ziegler-natta* menggunakan kromatografi gas melalui pengujian linearitas, presisi, akurasi, dan limit deteksi yang mana komponen tersebut harus memenuhi syarat keberterimaan.

1.4 Manfaat

Dari praktik kerja lapangan yang dilakukan di PT. Lotte Chemical Titan Nusantara dapat menjadi tujuan untuk melakukan verifikasi dari sebuah metode yang digunakan.

2 TINJAUAN PUSTAKA



2.1 Verifikasi

Verifikasi metode merupakan konfirmasi ulang melalui pemeriksaan dan perolehan bukti objektif dengan membandingkannya pada syarat keberterimaan dalam suatu industri. Verifikasi metode bertujuan untuk memastikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode uji yang digunakan dan memberikan hasil yang baik dan sesuai dengan tujuan penggunaannya. Selain itu verifikasi metode juga dapat digunakan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja karena setiap laboratorium harus memiliki kondisi dan kompetensi personil serta kemampuan peralatan yang berbeda (Sukaryono *et al.* 2017). Verifikasi adalah seperangkat standar eksperimental tes yang menghasilkan data yang berkaitan dengan akurasi dalam bentuk perolehan kembali, presisi dalam kondisi pengulangan, linearitas, serta limit deteksi dan limit kuantitasi terhadap suatu metode (Riyanto 2014).

2.1.1 Linearitas

Linearitas merupakan analisis uji untuk memastikan adanya hubungan yang linear antara konsentrasi analit dan sinyal atau respon detektor. Penentuan linearitas memerlukan sedikitnya lima konsentrasi standar yang berbeda-beda. Pengukuran linearitas ditunjukkan dari kurva yang menghasilkan suatu persamaan linear yang menghubungkan antara sinyal dengan konsentrasi suatu standar yang menunjukkan koefisien korelasi (r). apabila kurva standar linear, maka akan mengurangi kesalahan perhitungan sampel. Uji linearitas suatu larutan memenuhi syarat apabila koefisien korelasi yang diperoleh mendekati 1 (Sasongko *et al.* 2017).