

# **METODE KALIBRASI VOLUMETRIK**

### **INSTRUKSI KERJA GLASSWARE**

# STM/IK-VOLUMETRIK/01

#### **APPROVAL BY:**

PREPARED	CHECKED	APPROVED
Auf	thor	Remysvm
Manager Teknis	Kepala Laboratorium	Kepala Bisnis Unit

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi : 18 April 2018 Revisi : 02 Dibuat : Dian Puji		Diperiksa : Rudi E	Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen:

## Riwayat Revisi Doc. No. STM/IK-VOLUMETRIK/01

Urutan Revisi	Tanggal	Rincian	Oleh
Pertama	28 Juli 2016	Prinsip metode kalibrasi mengacu pada ISO/IEC 17025:2005	Dian
diterbitkan			
Revisi 01	30 Maret 2017	Penambahan uraian untuk memastikan kedataran	Dian
		meja yang digunakan pada saat pembacaan	
		meniskus ketika melakukan kalibrasi	
		volumetrik.	
		2. Penambahan Reference Euramet cg-19/v.01	
		"Guidelines on the determination of uncertainty	
		in gravimetric volume calibration."	
		3. Pembaharuan reference JCGM 100 : 2008	
		"Evaluation of Measurement Data - Guide to	
		the Expression of Uncertainty in Measurement."	
Revisi 02	18 April 2018	Merevisi Penulisan dan tata bahasa	Dian
Revisi 03	03 Juni 2020	1. Merevisi referensi acuan ISO/TR 20461:2000	
		"Determination of uncertainty for volume	
		measurements made using the gravimetric	
		method."	
		2. Menambahkan referenci acuan ISO 4787 : 2010	Amsal
		"Laboratory glassware - Voumetric Insttuments	
		<ul> <li>Methods for testing of capacity and for use."</li> </ul>	
		3. Menambahkan tentang cara pembersihan alat gelas	
		sesuai dengan referensi ISO : 4787 : 2010 butir 7.3	

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji	Diperiksa : Rudi E	Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen:

#### I. TUJUAN

Menerangkan standar metode kalibrasi untuk pengkalibrasian Volumetric Glassware.

#### II. RUANG LINGKUP

Metode kalibrasi ini berlaku untuk Volumetric Glassware sesuai dengan persyaratan yang mengacu pada standar ISO/TR 20461:2000, yang dilakukan oleh Laboratorium Kalibrasi PT. Sentral Tehnologi Managemen.

#### III. Jenis & Spesifikasi Alat yang Dikalibrasi

Volumetrik jenis Type Ex dan Type In

- Labu Ukur
- Pipet volume
- Buret
- Pipet measuring
- Erlenmeyer
- Gelas ukur

#### IV. DAFTAR ACUAN KALIBRASI:

- 1. ISO/TR 20461:2000 "Determination of uncertainty for volume measurements made using the gravimetric method."
- 2. ISO 4787 : 2010 "Laboratory glassware Voumetric Instruments Methods for testing of capacity and for use."
- 3. Euramet cg-19/v.01 "Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration."
- 4. JCGM 100 : 2008 "Evaluation of measurement Data Guide to the expression of uncertainty in measurement "

#### V. UNIT (SATUAN) VOLUME

Centimeter kubik (cm3) = milliliter (ml)

Desimeter kubik (dm3) = liter (1)

Milimeter kubik (mm3) = mikroliter ( $\mu$ l)

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji	Diperiksa : Rudi E	Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen:

#### VI. METODA KALIBRASI GRAVIMETRI

Metoda Gravimetri didasarkan pada penentuan volume air destilasi baik yang terkandung didalam volumetric glassware maupun yang keluar dari volumetric glassware.

Volume air destilasi pada suhu 20°C ditentukan berdasarkan persamaan :

$$V_{20} = m \left(\frac{1}{\rho a - \rho u}\right) \cdot \left(1 - \frac{\rho u}{\rho r}\right) \left\{1 - \lambda \left(tg - 20\right)\right\}$$

dengan:

 $V_{20}$  = Volume air destilasi pada suhu 20°C

M = Massa air destilasi ( gram )

ρa = densitas air destilasi ( gram /ml )

ρu = densitas udara ( gram /ml )

 $\gamma$  = koefisien muai volume glassware °C<sup>-1</sup>

tg = temperature glassware °C

ρr = densitas dari anak timbangan

#### VII. PERALATAN DAN BAHAN

1. Timbangan (Neraca)

Kapasitas timbangan sesuai dengan berat volume air destilasi dan bejana (Volumetric glassware ) yang akan ditimbang dengan resolusi tidak lebih dari 1/10 dari batas kesalahan (limit error) dari alat volumetric yang akan dikalibrasi.

- Hygrometer: Untuk mengukur kelembaban relative udara, memiliki range pengukuran dari 20 % sampai dengan 80 %
- 3. Termometer : Untuk mengukur suhu udara, memiliki range pengukuran dari 10 °C sampai dengan 30 °C

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji	Diperiksa : Rudi E	Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen:

#### 4. Alat Bantu

- a. Selang silicon
- b. Statif Buret
- c. Cawan 25ml
  - Standar suhu untuk tropis 27°C minimal untuk kelas A dengan standard inggris untuk lab. Dimana dengan ukuran 5, 10, 25, 50, 100, 200, 500, 1000 dan 2000 ml.

#### Bahan:

- Gelas lunak (soda line glass)
- Gelas keras (borosilicate glass)

#### Persyaratan:

- 1. Gelas harus bening
- 2. Tidak mengandung gelembung udara
- 3. Tahan dari bahan kimia dengan sifat koefisien yang rendah
- 4. Didaerah garis tanda gelas harus silinder

#### Medium:

Air Destilasi

#### VIII. FAKTOR YANG MEMPENGARUHI AKURASI VOLUMETRIC GLASSWARE

1. Temperatur volumetric glassware

Kapasitas dari volumetric glassware bervariasi terhadap perubahan temperature. Besarnya variasi volume terhadap variasi suhu ditentukan oleh koefisien muai dari bahan yang digunakan

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji Diperiksa : Rudi E		Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen :

Bahan	Koefisien Ekspansi Termal (γ) °C <sup>-1</sup>
Borosilicate glass ( Duran, Pyrex, Rasotherm)	9.9 x 10 <sup>-6</sup>
Semi Borosilicate glass ( Durobax, Fiolax, device glass 20)	14.7 x 10 <sup>-6</sup>
General soft soda glass (Lime-soda glass, AR glass)	27.0 x 10 <sup>-6</sup>
Plastics	300 x 10 <sup>-6</sup> to 600 x 10 <sup>-6</sup>

#### 2. Temperatur cairan

Densitas air destilasi yang digunakan untuk mengkalibrasi volumetric glassware nilainya bergantung pada temperature, karena kalibrasi dilakukan dengan metoda gravimetric dimana volume dihitung berdasarkan  $V=m/\rho$  maka penentuan nilai volume disini bergantung pada ketelitian pengukuran temperature air destilasi

#### 3. Kebersihan permukaan gelas

Volume yang terkandung didalam Volumetic glassware atau yang mengalir keluar dari Volumetric glassware tergantung pada kebersihan permukaan bagian dalam gelas dari Volumetric glassware tersebut.

#### Cara pengamatan:

- A.1 Untuk membersihkan alat gelas dilakukan dengan menyikat, mengguncang dengan air (jika perlu ditambahkan kertas saring). Jika masih terdapat kontaminasi seperti oli atau minyak dapat dihilangkan dengan pelarut yang sesuai. Alat gelas harus diisi sampai penuh dengan larutan deterjen tanpa busa dan diguncangkan keras, kemudian harus berulang kali dibilas dengan aquadest hingga deterjen hilang.
- A.2 Jika langkah-langkah diatas masih terdapat kontaminasi pada alat gelas dapat ditambahkan satu dari dua campuran cairan kimia berikut :
  - a. Kalium dikromat (KCrO<sub>3</sub>) + Asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
  - b. 30g/liter potassium permanganate (  $KMnO_4$ ) + 1 mol/liter Natrium Hidroksida ( NaOH )

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2010	6	Doc. No. : STM/IK-	VOLUMETRIK/01	Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji	Diperiksa : Rudi E	Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen:

#### Note:

Jika laboratorium tidak memungkinkan untuk penggunaan bahan-bahan diatas (karena terkendala fasilitas ruang asam, penyimpanan bahan kimia dll), dapat dilakukan pencucian menggunakan *glass cleaner* "PROKLEEN". Langkah-langkah pencuciannya:

- 1) Campurkan Glass Cleaner kedalam air sesuai rasio
  - noda berat -200 ml / liter air (1:5)
  - noda ringan 34 ml / liter air (1 :30)
- 2) Semprotkan pada permukaan kaca
- 3) Gosok dan ratakan dengan glass washer untuk mengangkat kotoran dan debu
- 4) Bersihkan dan bilas menggunakan aquadest

Setelah melakukan langkah-langkah diatas, didiamkan beberapa jam. Alat gelas harus dicuci dengan aquadest, dan kita harus memastikan dinding alat gelas benar-benar besih, jika tidak bersih dapat mengulagi langkah-langkah diatas.

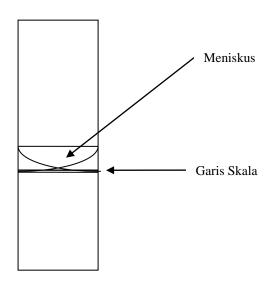
Jika alat gelas sudah bersih dan tidak segera digunakan dalam waktu dekat, harus disimpan dengan diisi air destilasi.

#### 4. Setting Miniskus

Volumetric glassware menggunakan prinsip pembacaan meniscus ( batas antara udara dan air) terhadap suatu garis acuan atau skala.

Meniskus tersebut harus diset sedemikian rupa sehingga bagian atas dari garis pembagi merupakan tangensial horizontal terhadap titik paling bawah dari meniscus tersebut, garis pandangan mata harus berada pada plane yang sama. Langkah ini dilakukan dengan memperhatikan kedataran dari meja kerja yaitu harus dipastikan set kedataran. Hal ini bisa dilakukan dengan menggunakan alat bantu *water pass*.

Tgl. Penerbitan : 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji	Diperiksa : Rudi E	Disahkan : Remi R
			No. Salinan:	Status Dokumen:



Gambar 1. Setting Meniskus

#### IX. LANGKAH KERJA KALIBRASI VOLUMETRIC

- 1. Bersihkan alat dari kotoran dan debu yang menempel
- 2. Kondisikan alat sebelum kalibrasi dilakukan
- **3.** Siapkan lembar kerja volumetric lalu lakukan pengisian suhu dan kelembaban dan tentukan titik titik skala yang akan dikalibrasi.
- **4.** Selanjutnya mengikuti langkah langkah berikut :

#### • Untuk Kalibrasi Gelas ukur, Labu ukur, dan Erlenmeyer:

#### (Type IN)

- a. Timbang gelas ukur / alat yang akan dikalibrasi dalam keadaan kosong, Catat penunjukan pada lembar kerja.
- b. Masukan air destilasi melalui selang silicone yang telah disiapkan sampai menyentuh posisi dasar dari gelas ukur hingga air destilasi mengisi titik skala yang akan diinginkan
- Setelah Air destilasi mengisi hingga titik skala yang telah ditentukan tersebut maka, lakukan penglihatan secara visual dan meniscus
- d. Lakukan pengukuran suhu air destilasi dan catat pada lembar kerja
- e. Lakukan penimbangan dan catat nilai yang ditunjukan oleh timbangan
- f. Lakukan pengambilan data minimum 5 titik dengan beberapa skala yang berbeda Calibration Service Complies ISO/IEC 17025 Requirements (Derlakunhantya untuk barkasaukunen) iliki Dokumen ini tanpa izin tertulis dari Manajemen Laboratorium PT. Sentral Tehnologi Managemen
- g. Catat hasil pengamatan tersebut pada lembar kerja.

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi : 02 Dibuat : Dian Puji		Diperiksa : Rudi E	Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen:

- h. Ulangi langkah a sampai dengan f sebanyak 3 kali untuk setiap titik skala gelas ukur
- i. Untuk Labu ukur dan Erlenmeyer lakukan pengambilan data sebanyak 6 kali pengukuran.

## • Untuk Kalibrasi Buret, pipet volumetric dan pipet measuring:

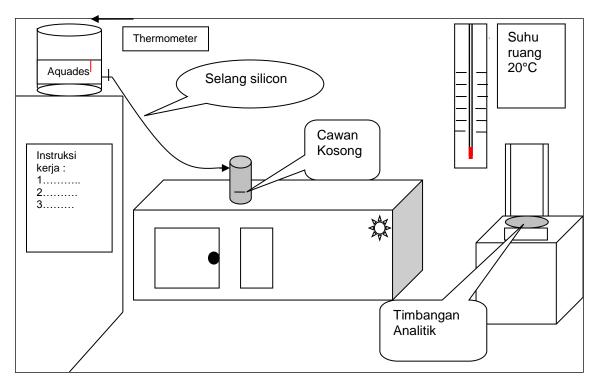
#### (Type EX)

- a. Jepit buret atau pipet dengan menggunakan statif dan sesuaikan dengan jarak pandang penglihatan
- b. Lakukan pengisian air destilasi dengan menggunakan selang silicon melalui bagian bawah dari buret atau pipet sampai 1 cm diatas titik nol (0)
- c. Atur titik nol dengan membuka kran dari buret bila dengan pipet dapat dilakukan dengan tangan (telunjuk) dan lakukan pengesetan meniscus
- d. Siapkan cawan kosong dan timbang
- e. Cawan kosong tersebut lalu ditempatkan dibawah keluaran dari buret atau pipet lalu buka kran buret (statif) dan alirkan air destilasi sampai titik skala yang diinginkan misal
  : 5 ml, dan timbang cawan isi tersebut pada timbangan sesuai kapasitas dan resolusinya dan catat penunjukan nilai yang ditampilkan.
- f. Lakukan langkah b sampai e dengan titik-titik skala yang diinginkan misalnya untuk buret 50 ml titik skala yang diukur : 10ml, 20ml, 30ml, 40ml, dan 50 ml. dan untuk pipet volumetric : 1ml, 2ml, dst serta untuk pipet measuring 10ml : 2ml, 4ml...sampai 10ml.
- g. Lakukan pengukuran suhu air destilasi disetiap titik skala yang dikalibrasi. Catat pada lembar kerja.
- h. Catat hasil penimbangan isi dan kosong disertai suhu udara dan kelembaban tersebut pada lembar kerja.
- i. Khusus untuk pipet volumetric pengambilan data dilakukan sebanyak 6 kali pengukuran.

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No.: STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji	Diperiksa : Rudi E	Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen :

#### PERHITUNGAN KETIDAKPASTIAN PENGUKURAN.

#### 1. Rangkaian Kalibrasi.



Gambar 1. Rangkaian Kalibrasi Metoda Gravimetri

#### 2. Analisa Data

Volume air destilasi pada suhu 20°C ditentukan berdasarkan persamaan :

$$V_{20} = m \left[ \frac{1}{\rho a - \rho u} \right] \left[ 1 - \frac{\rho u}{\rho r} \right] \left[ 1 - \gamma (tg - 20) \right]$$

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02 Dibuat: Dian Puji Diperiksa: R		Diperiksa : Rudi E	Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK		No. Salinan:	Status Dokumen:	

#### dengan:

V<sub>20</sub> = Volume air destilasi pada suhu 20°C

M = massa air destilasi (gram)

ρa = densitas air destilasi (gram/ml)

ρu = densitas udara (gram/ml)

 $\gamma$  = koefisien ekspansi termal dari glassware ( ${}^{\circ}C$ )

tg = temperature glassware ( ${}^{\mathbf{o}}$ C)

ρr = densitas dari anak timbangan

#### 3. Evaluasi komponen ketidakpastian

Terdapat tujuh komponen ketidakpastian utama yang diperhitungkan dalam evaluasi ketidakpastian dari koreksi terhadap labu ukur, yaitu ;

- a. Ketidakpastian dari timbangan ( massa air destilasi)
- b. Ketidakpastian dari densitas udara
- c. Ketidakpastian dari densitas air
- d. Koef. Muai gelas
- e. Temperatur air destilasi
- f. Koreksi meniskus
- g. Ketidakpastian dari densitas standar massa

#### a. Massa Air Destilasi (m)

Massa air didapat dari proses penimbangan:

M = R' - R

dimana:

R' = Pembacaan timbangan untuk bejana isi (gram)

R = Pembacaan timbangan untuk bejana kosong (gram)

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji Diperiksa : Rudi E		Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen :

#### Ketidakpastian baku untuk pengukuran m (u<sub>1</sub>)

U timbangan = 
$$\frac{U_{95}}{k}$$

U repeatability = 
$$\frac{S}{\sqrt{n}}$$

#### Dengan:

U timbangan = ketidakpastian bentangan dari timbangan ( sertifikat)

s = Standar deviasi = 
$$SD = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{n} (X_i - \overline{K})^2}$$

n = jumlah pengukuran berulang.

m = nilai rata-rata hasil ukur = 
$$\sum_{i=1}^{n} m_i$$

Jadi hasil pengukuran massa air : m ± U<sub>1</sub>

Koefisien Sensitifitas untuk ketidakpastian baku massa air m ( c 1)

$$c_1 = \frac{1}{\rho a - \rho u} \cdot 1 - \frac{\rho u}{\rho r} \cdot 1 - \gamma (t - 20)$$

#### b. Ketidakpastian dari densitas udara (u<sub>2</sub>)

Ketidakpastian densitas udara diperoleh dari hasil pengukuran Termometer, barometer dan hygrometer dengan persamaan sbb:

$$\rho u = \frac{k_1 \rho u + H(k_2 t_u + k_3)}{t_u + t_{u0}}$$

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji Diperiksa : Rudi E		Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen:

#### Dengan:

ρu = densitas udara (gr/ ml)

Tu = Temperature udara(°C)

tu0 = 273.15 C

pu = Tekanan udara (hPa)

H = Kelembaban relative udara (%)

tu = Suhu udara (°C)

 $k1 = 0.34844 \ 10-3 grC/mlhPa$ 

k2 = 0.00252 grC/mlhPa

 $k3 = 0.020582 \ 10-3 grC/mlhPa$ 

Namun dalam hal ini karena penimbangan dilakukan berdasarkan nilai konvensional , maka densitas udara dapat diestimasi sekitar  $(1.2 \pm 0.12)$ kg/m³ atau  $(1.2 \pm 0.12)$ x  $10^{-3}$ g/ml.

#### Ketidakpastian baku untuk estimasi nilai pu (U2)

$$U_2 = \frac{a}{\sqrt{3}}$$

Dengan a sebesar 0.12 x 10<sup>-3</sup>gr/ml sehingga

Koefisien sensitifitas untuk ketidakpastian baku densitas udara ( $c_2$ ):

$$c_2 = \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho u} = \frac{m}{\rho r} \cdot \frac{\rho r - \rho a}{(\rho a - \rho u)^2} \approx 0.875 \cdot m \frac{m l^2}{g r}$$

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji Diperiksa : Rudi E		Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen:

#### c. Ketidakpastian dari densitas air (u<sub>3</sub>)

Ketidakpastian pembacaan alat diperoleh dari Nilai Skala Terkecil (NST) yang terbaca pada alat tersebut dengan asumsi distribusinya adalah segi-empat.

$$\rho_a = a_0 + a_1 t_a + a_2 t_a^2 + a_3 t_a^3 + a_4 t_a^4$$
 gr/ml

#### Dengan:

 $a_0 = 0.99985308 \text{ g/cm}^3$ 

 $a_1 = 6.32693 E\text{-}05 \text{ }^{\mathrm{o}}\text{C}^{\text{-}1} \text{ g/cm}^3$ 

 $a_2 = -8.5238E-06 \, {}^{\rm o}{\rm C}^{-2} \, {\rm g/cm^3}$ 

 $a_3 = 6.94325E-08 \, {}^{\circ}\text{C}^{-3} \, \text{g/cm}^3$ 

 $a_4 = -3.82122 E\text{-}10 \text{ }^{\mathrm{o}}\text{C}^{\text{-}4} \text{ g/cm}^3$ 

ta = temperatur air destilasi

Jika dimisalkan variasi temperature pada saat pengukuran adalah  $(20 \pm 2)^{\circ}$ C, maka variasi dari densitas air adalah  $\pm 0.000413$  gr/ml.

#### Ketidakpastian baku untuk pengukuran pa (U<sub>3</sub>)

$$U_{3} = \frac{\partial \rho a}{\partial ta} \cdot \sqrt{\left(\frac{U_{thermo}}{2}\right)^{2} + \left(\frac{a}{\sqrt{3}}\right)^{2}} gr/ml$$

dengan

$$\frac{\partial \rho a}{\partial ta} = a_1 + 2a_2ta + 3a_3ta^2 + 4a_4ta^3$$
, jika dimisalkan bahwa temperature air

Rata-rata 
$$ta = 20^{\circ}$$
C, maka  $\frac{\partial \rho a}{\partial ta} = -0.000207 \, gr / ml$ .

a = semirange untuk distribusi rectangular = 0.000413 gr/ml untuk variasi temperature  $(20\pm2)^{\circ}$ C.

Koefisien sensitifitas dari ketidak<br/>pastian baku densitas air adalah  $\,c_{\scriptscriptstyle 3} = -m\,.\,$ 

Tgl. Penerbitan : 28 Juli 2016		Doc. No.: STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji Diperiksa : Rudi H		Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen:

## d. Ketidakpastian dari koefisien muai gelas (u4)

Nilai dari koefisien ekspansi termal tergantung pada bahan yang digunakan untuk volumetric glassware seperti tertera pada table dibawah ini :

Bahan	Koefisien Ekspansi Termal (γ) °C <sup>-1</sup>
Borosilicate glass ( Duran, Pyrex, Rasotherm)	9.9 x 10 <sup>-6</sup>
Semi Borosilicate glass ( Durobax, Fiolax, device glass 20)	14.7 x 10 <sup>-6</sup>
General soft soda glass (Lime-soda glass, AR glass)	27.0 x 10 <sup>-6</sup>
Plastics	300 x 10 <sup>-6</sup> to 600 x 10 <sup>-6</sup>

Ketidakpastian baku untuk estimasi nilai γ ( u4)

$$U_4 = \frac{a}{\sqrt{3}}$$

Dengan a= semirange untuk distribusi rectangular sebesar 10% x  $\gamma$  C<sup>-1</sup>. Koefisien Sensitifitas untuk ketidakpastian baku dari  $\gamma$  (C4)

$$c_4 = \frac{\partial V20}{\partial \gamma} \approx \frac{m}{\rho a} \cdot (t_g - 20) m l^{\circ} C$$

Tgl. Penerbitan : 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji Diperiksa : Rudi E		Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen:

#### e. Ketidakpastian dari Temperatur glassware (u<sub>5</sub>)

Temperatur glassware diukur dengan mengukur temperature air destilasi. Dalam hal ini temperature glassware dianggap sama dengan temperature air yang berada didalamnya, namun ini hanya nilai pendekatan, karena temperature glassware dapat berubah dengan adanya pengaruh dari operator. Untuk itu gunakan sarung tangan dan kondisikan peralatan glassware paling sedikit 6 jam dalam ruang kalibrasi.

Ketidak pastian baku dari perbedaan temperature ( $u_{5)}$ 

$$U_5 = \frac{U_{termo}}{\sqrt{2}}$$

Dengan nilai U<sub>termo</sub> diambil dari sertifikat thermometer yang digunakan .

Koefisien Sensitivitas untuk ketidakpastian baku dari temperature glassware ( c<sub>5</sub>)

$$C5 = \frac{\delta V_{20}}{\delta t_g} \approx -\frac{m}{\rho a} \cdot \gamma \quad \text{ml/°C}$$

#### f. Ketidakpastian dari Meniskus (u<sub>6</sub>)

Ketidakpastian meniscus diperoleh dari batas antara udara dan air yang terbaca pada skala tersebut dengan asumsi distribusinya adalah segi-empat.

$$U_6 = \frac{\frac{10}{100} x toleransi}{\sqrt{3}}$$

Dengan koefisien sensitifitas  $c_6 = 1$ 

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-	VOLUMETRIK/01	Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji Diperiksa : Rudi E		Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen:

#### g. Ketidakpastian baku densitas acuan pembacaan timbangan (u7)

Dalam pengukuran volume dengan menggunakan metode gravimetric, timbangan merupakan transfer standar yang menghubungkan hasil pengukuran volume dengan standar satuan dasar massa. Kalibrasi timbangan dilakukan terhadap standar massa dengan basis penimbangan konvensional, dimana penimbangan massa konvensional dilakukan dalam kondisi tertentu yang memenuhi densitas udara1.2 kg/m³, densitas anak timbangan 8000kg/m³ dan suhu udara 20 C, sehingga pembacaan timbangan terkait dengan standar massa yang mempunyai densitas sebesar 8000kg/m³. Dengan asumsi bahwa ketidakpastian dari densitas anak timbangan mempunyai semirange sebesar 10% dari nilai 8000kg/m³ maka:

$$U_7 = \frac{10\% \ x \ \rho_{AT}}{\sqrt{3}} \ \text{kg/m}^3$$

Koefisien Sensitifitas untuk ketidakpastian baku densitas acuan pembacaan timbangan (C7)

$$c_7 = \frac{\partial V20}{\partial \rho_{AT}} = m \cdot \frac{\rho u}{\rho_{AT}^2 (\rho a - \rho u)} \cdot \left(1 - \gamma \left(t_{air} - 20^\circ\right)\right)$$

#### 4. Ketidakpastian Gabungan

$$U_{\text{gab}} = \sqrt{(u_1.c1)^2 + (u_2.c2) + \dots + (u_7.c7)^2} ml$$

#### 5. Faktor Cakupan (k)

Faktor cakupan k<sub>95%</sub> diperoleh dari table distribusi student pada tingkat kepercayaan 95 % untuk derajat kebebasan effektif.

#### 6. Ketidakpastian bentangan, pada tingkat kepercayaan 95 %

$$U_e = k x U_{gab} ml$$

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji Diperiksa : Rudi E		Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK		No. Salinan:	Status Dokumen:	

### XI. LAMPIRAN

## BATAS KESALAHAN (LIMIT ERROR) VOLUMETRIC GLASSWARE **BURET** (Burettes)

Vanagitag		Batas Kesalahan		
Kapasitas Nominal ( ml )	Skala terkecil ( ml )	Kelas A ( ± ml )	Kelas B ( ± ml )	
1	0.01	0.01	0.02	
2	0.01	0.01	0.02	
5	0.02	0.01	0.02	
10	0.02	0.02	0.05	
10	0.05	0.02	0.05	
25	0.05	0.03	0.05	
25	0.1	0.05	0.1	
50	0.1	0.05	0.1	
100	0.2	0.1	0.2	

PIPET GONDOK (Bulb pipettes )

THET GONDON (Build pipetties)					
Vanasitas	Batas K	esalahan			
Kapasitas Nominal ( ml )	Kelas A ( ± ml )	Kelas B (± ml)			
0.5	0.005	0.01			
1	0.008	0.015			
2	0.01	0.02			
5	0.015	0.03			
10	0.02	0.04			
20	0.03	0.06			
25	0.03	0.06			
50	0.05	0.1			
100	0.08	0.15			
200	0.1	0.2			
		1			

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No. : STM/IK-	VOLUMETRIK/01	Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji Diperiksa : Rudi E		Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen:

## PIPET UKUR (Graduated pipettes )

Vanagitag		Batas Kesalahan		
Kapasitas Nominal ( ml )	Skala terkecil ( ml )	Kelas A ( ± ml )	Kelas B ( ± ml )	
0.5	0.01	0.005	-	
1	0.01	0.006	0.01	
2	0.02	0.01	0.02	
5	0.05	0.03	0.05	
10	0.1	0.05	0.05	
25	0.1	0.1	0.1	
25	0.2	0.1	0.2	

## LABU UKUR (Volumetric Flask)

Vanasitas	Batas Kesalahan		
Kapasitas Nominal ( ml )	Kelas A	Kelas B	
110111111111111111111111111111111111111	$(\pm \mathbf{ml})$	$(\pm \mathbf{ml})$	
5	0.02	0.04	
10	0.02	0.04	
25	0.03	0.06	
50	0.05	0.10	
100	0.08	0.15	
200	0.15	0.30	
250	0.15	0.30	
500	0.2	0.50	
1000	0.40	0.80	
2000	0.60	1.20	

Tgl. Penerbitan: 28 Juli 2016		Doc. No.: STM/IK-VOLUMETRIK/01		Halaman: 02 dari 20
Tgl. Revisi: 18 April 2018	Revisi: 02	Dibuat : Dian Puji	Diperiksa : Rudi E	Disahkan : Remi R
INSTRUKSI KERJA KALIBRASI VOLUMETRIK			No. Salinan:	Status Dokumen :

## **GELAS UKUR (Graduated Cylinder)**

Kapasitas Nominal ( ml )	Skala terkecil ( ml )	Batas Kesalahan ( ± ml )	Kapasitas maks.garis paling bawah ( ± ml )
5	0.1	0.1	0.5
10	0.2	0.2	1
25	0.5	0.5	2.5
50	1	1	5
100	1	1	10
250	2	2	20
500	5	5	50
1000	10	10	100
2000	20	20	200