**MATERI KIMIA TERPADU**

**VERIFIKASI ALAT LABORATORIUM**

**Kondisi akomodasi dan lingkungan**

Laboratorium harus mempunyai ukuran, konstruksi, lokasi dan sistem pengendalian yang memadai agar dapat memenuhi tugas dan fungsi laboratorium. Desain yang tidak tepat dan fasilitas laboratorium yang kurang terawat dapat mengurangi mutu data hasil uji dan atau kalibrasi, operasional kegiatan laboratorium, kesehatan dan keselamatan, serta moralitas personel laboratorium. Pemeliharaan kondisi akomodasi dan lingkungan laboratorium yang baik, selain untuk mencapai keabsahan mutu data juga dapat melindungi personel laboratorium dari bahaya bahan kimia, kebakaran, serta bahaya lain yang timbul.

1. **Pengaruh Kondisi Akomodasi**

Kondisi akomodasi dan lingkungan dapat berpengaruh terhadap :

* + Kondisi contoh yang akan diuji. Untuk menghindari kontaminasi serta perubahan kondisi contoh, maka ruangan tempat penerimaan contoh, penyimpanan, preparasi, lingkungan pengujian harus bebas dari debu, asap serta faktor – faktor lain yang berpengaruh terhadap contoh misalnya temperatur dan kelembaban.
  + Kinerja peralatan laboratorium. Debu, temperatur, kelembaban, getaran dan kestabilan tenaga listrik akan mempengaruhi peralatan laboratorium. Hendaknya peralatan yang dapat dipengaruhi oleh faktor lingkungan tersebut ditempatkan pada lokasi yang tepat.
  + Personel laboratorium. Penerangan dan ventilasi di lingkungan pengujian harus cukup serta terhindar dari kebisingan agar memberikan rasa nyaman kepada operasional laboratorium. Ruang yang memadai juga harus tersedia untuk melaksanakan administrasi laboratorium, misalnya pencatatan, pelaporan, dan kegiatan akomodasi.
  + Kesesuaian kondisi yang dipersyaratkan. Persyaratan kondisi dalam metode pengujian serta peralatan penunjang harus dipenuhi untuk mencapai keabsahan mutu data laboratorium.

1. **Fasilitas Laboratorium**
2. Pencahayaan.

Untuk mendapatkan cahaya matahari yang cukup disarankan laboratorium menggunakan jendela kaca dengan luas sekitar satu pertiga (1/3) dari luas lantai ruangan. Jika bahan kimia atau peralatan instrumentasi sensitif terhadap sinar matahari langsung, gedung laboratorium harus didisain sedemikian rupa untuk menghindari penembusan langsung sinar matahari yang melebihi intensitas 70 W/m2. Pencahayaan dalam laboratorium yang diperlukan berkisar antara 540 – 1075 lux atau lumen per m2 pada area kerja. Kualitas dan intensitas pencahayaan harus dikontrol agar masih dalam kisaran yang dapat diterima. Untuk itu, seluruh rekaman pencahayaan dalam laboratorium serta pengendaliannya harus dipelihara.

1. Ventilasi

Ventilasi harus didesain sedemikian rupa sehingga memungkinkan kontaminasi udara yang terjadi di ruang laboratorium yang disebabkan bahan kimia dapat keluar dan digantikan dengan menggunakan ventilasi alami dan buatan (AC). Jika digunakan AC di ruang laboratorium maka kebutuhan AC pada ruangan tersebut diperhitungkan sebesar 1 PK untuk 20 m2. Penggunaan ventilasi alami tidak dimungkinkan pada ruang instrumentasi, ruang steril atau ruang timbang karena akan menyebabkan debu atau pergerakan udara yang dapat mempengaruhi peralatan dan instrumentasi laboratorium. Seluruh sistem ventilasi harus dimonitor setidak-tidaknya 3 bulan sekali jika pemantauan kontinu tidak tersedia, serta harus dievaluasi ulang ketika ada perubahan pada sistem tersebut.

1. Sumber energi

Laboratorium harus memastikan bahwa sumber energi cukup untuk kegiatan operasionalnya. Selain itu, laboratorium harus mempunyai jenset untuk cadangan energi apabila sewaktu-waktu ada pemadaman aliran listrik. Jika laboratorium menggunakan peralatan instrumentasi, kestabilan arus listrik adalah hal yang perlu diperhatikan, karena arus listrik akan sangat mempengaruhi kinerja instrumentasi yang mempunyai sensitivitas tinggi. Karena itu perlu dipertimbangkan penggunaan stabilizer, disamping isolated ground circuit dan instalasi listrik yang memenuhi persyaratan.

1. Persediaan air

Laboratorium harus memastikan persediaan air cukup untuk kegiatan operasional, baik air destilasi, air bidestilasi, air demineralisasi, air untuk keperluan sehari-hari, misalnya air untuk pencucian peralatan gelas, cuci tangan atau keperluan di kamar kecil.

1. Alat keselamatan

Fasilitas dan peralatan keselamatan harus tersedia untuk menjamin lingkungan kerja yang bersih dan aman, diantaranya meliputi :

* + Almari asam dan almari pengaman
  + Informasi safety
  + Alat untuk menangani tumpahan bahan kimia
  + Pakaian kerja dan alat pelindung diri
  + Saluran air dengan kran dan shower
  + Saluran gas dengan kran sentral
  + Jaringan listrik yang dilengkapi dengan sekering atau pemutus arus
  + Kotak P3K yang berisi lengkap obat
  + Nomor telepon kantor pemadam kebakaran, rumah sakit, dan dokter
  + Alat pemadam kebakaran yang siap pakai dan mudah dijangkau, bak berisi pasir kering dengan sekop, selimut anti api
  + Fasilitas pembuangan limbah

1. Meja kerja dan area personel laboratorium

Meja kerja sebaiknya disesuaikan dengan kenyamanan personel dalam melakukan kegiatan operasional laboratorium. Biasanya tinggi meja kerja sekitar 80 cm, lebar 90 cm, sedangkan panjang disesuaikan dengan ruangan yang ada. Untuk pemilihan meja laboratorium harus mempertimbangkan hal-hal sebagai berikut :

* + Terbuat dari bahan yang kuat
  + Halus dan rata
  + Kedap air
  + Tahan terhadap bahan kimia
  + Mudah dibersihkan

Jarak minimum antar meja harus dipertimbangkan untuk kenyamanan dalam melakukan kegiatan laboratorium. Posisi meja kerja sedapat mungkin tidak mengganggu kegiatan personel lain.

1. **Persyaratan laboratorium kalibrasi**

Persyaratan yang harus dipenuhi untuk ruang tes laboratorium kalibrasi yaitu ruang laboratorium kalibrasi harus dilengkapi dengan :

1. Peralatan pengontrol suhu ruang

Suatu ruangan yang digunakan sebagai tempat mengkalibrasi atau memverifikasi suatu alat ukur volumetri perlu memiliki beberapa peralatan yang berfungsi mengatur suhu ruang seperti AC (air conditioner) sentral. Dengan adanya pengontrol udara suhu suatu ruangan laboratorium akan mencapai suhu standar atau suhu acuan standar, yang dibutuhkan pada saat mengkalibrasi atau memverifikasi. Suhu acuan standar merupakan suhu dimana suatu peralatan laboratorium volumetri akan efektif untuk digunakan. Suhu acuan standar ini biasanya sebesar 20oC.

1. Barometer tekanan atmosfer

Laboratorium untuk keperluan kalibrasi atau verifikasi ini perlu pula dilengkapi dengan barometer tekanan atmosfer.

1. Termometer teruji

Pada laboratorium kalibrasi atau verifikasi alat ukur volumetri termometer yang telah teruji amat dibutuhkan untuk mengukur suhu air atau mungkin suhu ruang laboratorium itu sendiri.

1. Neraca analitik

Neraca laboratorium digunakan untuk kapasitas tertentu yang akan digunakan untuk menimbang suatu alat ukur yang nantinya akan terisi suatu zat pengisi.

1. Hygrometer

Alat ini mampu menunjukkan pengukuran kelembaban yang relatif tetap.

1. **Perawatan alat laboratorium**

Perawatan alat laboratorium dapat dibagi menjadi :

1. Kebersihan

Kebersihan laboratorium adalah faktor utama (secara tidak langsung) untuk alat laboratorium. Udara laboratorium harus dijaga agar bebas uap asam, debu, dan kelembaban yang memungkinkan kondensasi. Ruangan yang kotor terutama oleh sisa makanan, menjadi faktor penunjang kehidupan binatang-binatang (serangga) kecil. Kebersihan peralatan (luar dalam) juga harus tetap terjaga, agar jamur tidak tumbuh dan korosi tidak terjadi. Pembersihan dan pencucian alat harus menjadi pekerjaan rutin. Bagi seorang analis berlaku ketentuan “mencuci harus dengan pelarut kotoran yang bersangkutan” (bukan harus dengan sabun). Variasi jenis bahan pengotor lab, menuntut pengetahuan yang luas mengenai bahan-bahan yang melarutkan kotoran tersebut (tanpa merusak material alat).

1. Pengaturan kondisi kerja

Skala ukur dan parameter kerja peralatan harus mendapat perhatian utama. Kebenaran hasil ukur (yang dikeluarkan oleh alat) dan kesesuaian parameter kerja (antara yang terjadi pada alat dengan yang tercantum pada panel kontrol) harus mendapat tempat utama. Neraca yang tidak terjaga kondisi kerjanya akan memberikan hasil penimbangan yang menyimpang. Untuk keperluan ini diperlukan suatu kalibrasi berkala untuk menjamin kebenaran skala ukur dan parameter kerja.

Berikut beberapa kondisi umum yang perlu diperhatikan.

* 1. Alat ukur volume dari kaca, sekalipun kaca pyrex (seperti labu ukur, piknometer, buret dan pipet) tidak boleh dipanaskan lebih dari 60oC (lebih-lebih lagi jika dalam keadaan berisi). Sekalipun pada temperatur ini alat belum meleleh, namun pendekatan ke titik transisi gelas dengan adanya tekanan, cukup untuk memberikan perubahan bentuk yang permanen. Pengeringan alat bisa dilakukan dengan mengalirkan udara hangat yang kering (tidak lebih dari 60oC) ke dalam alat bersangkutan
  2. Alat ukur elektronis dan instrumen analitik memerlukan sumber daya yang stabil dan harus dipanaskan (warming up) sebelum digunakan.
  3. Meja untuk neraca analitik harus datar air. Meja ini sebaiknya dibuat dari semen cor (permanen), dilapisi karet dan kaca (sebaiknya dengan ketebalan 10 mm); jangan dilapisi ubin. Spasi antara ubinakan mengubah posisi datar air neraca jika kedudukan neraca tergeser.
  4. Kondisi dan disain ruang timbang harus disesuaikan dengan desimal penimbangan terendah yang diperlukan. Penimbangan sampai 4 desimal memerlukan ruang timbang yang tertutup dan terkontrol kondisinya. Penimbangan sampai 5 desimal memerlukan disain dua lapis pintu dan tanpa ventilasi udara terbuka. Penimbangan sampai 6 desimal, bahkan arus udara yang berasal dari nafas operator harus dikendalikan.

1. Perbaikan

Perbaikan ringan sebaiknya dikerjakan sendiri, perbaikan yang dilakukan oleh pihak ketiga harus diawasi langsung. Semua petunjuk yang diperlukan untuk menguji kondisi standar yang diperlukan, tersedia di dalam buku manual alat bersangkutan.

Beberapa sumber kerusakan mendadak yang sering terjadi pada alat diantaranya akibat :

Fluktuasi tegangan listrik

Salah pilih tegangan

Listrik mati dan hidup secara mendadak

Kerusakan kabel seperti putus

Kerusakan komponen

Kesalahan operasi

**ALAT UKUR**

Ditinjau dari satuan ukuran yang digunakan, alat ukur dapat dibedakan menjadi :

1. Alat ukur primer adalah alat ukur yang digunakan untuk mengukur satuan primer. Contoh : neraca analitik dan termometer
2. Alat ukur sekunder adalah alat ukur yang digunakan untuk mengukur satuan sekunder. Contoh alat ukur volume.
3. Alat ukur relatif adalah alat ukur yang melakukan pengukuran dengan cara membandingkan objek ukur dengan suatu standar. Contoh : pH meter, spektrofotometer, AAS dll.

**KALIBRASI dan VERIFIKASI**

Beberapa langkah untuk melakukan kalibrasi dan/atau verifikasi pada suatu Perusahaan/Organisasi:

1. Mengidentifikasi kesesuaian persyaratan produk beserta proses pemantauan dan pengukuran yang sesuai untuk pemenuhan persyaratan tersebut.
2. Membuat tabel daftar semua alat ukur yang mempengaruhi proses dan/atau persyaratan.
3. Melakukan pemilahan, apakah alat ukur tersebut akan dikalibrasi eksternal (kalibrasi) atau dikalibrasi internal (verifikasi).

4. Membuat jadwal kalibrasi atau verifikasi untuk setiap alat ukur sesuai dengan kegunaannya untuk beberapa lama waktu yang ditentukan.

5. Menentukan perusahaan atau laboratorium yang akan melakukan kalibrasi dan mengajukan permohonan kalibrasi eksternal, bila akan dikalibrasi eksternal.

6. Membuat Instruksi Kerja atau standar yang mampu ditelusur terhadap verifikasi alat ukur, bila kalibrasi dilakukan secara internal.

7. Memberi identitas terhadap semua alat ukur yang sudah dikalibrasi eksternal maupun internal dan bisa dicatat dalam tabel daftar alat ukur tersebut.

8. Melakukan pemantauan di lapangan terhadap pemakaian semua alat ukur tersebut dan bila ditemukan alat ukur yang hasilnya menyimpang maka harus menelusuri hasil dari pengukuran sebelumnya agar kesalahan yang terjadi dapat terkendali.

**Kalibrasi** adalah memastikan kebenaran nilai-nilai yang ditunjukkan instrument ukur atau sistem pengukuran atau nilai-nilai yang diabadikan pada suatu bahan ukur dengan cara membandingkan dengan nilai kebenaran konvensional yang diwakili oleh standart ukur, yang memiliki kemampuan telusur ke standar Nasional atau Internasional.

**Verifikasi** adalah proses dimana ditentukan persesuaian antara suatu peralatan laboratorium dengan spesifikasi yang tertera untuk peralatan tersebut, termasuk penentuan kesalahan (error) pada suatu titik atau lebih.

1. Tujuan kalibrasi adalah :

a. Menentukan deviasi (penyimpangan) kebenaran nilai konvensional penunjukan suatu instrument ukur.

b. Menjamin hasil-hasil pengukuran sesuai standar Nasional maupun Internasional.

1. Manfaat kalibrasi adalah menjaga kondisi instrument ukur dan bahan ukur agar tetap sesuai spesifikasinya.
2. Pada dasarnya kalibrasi peralatan analis kimia terdiri dari tiga yaitu :

* Kalibrasi massa

Alat ukur yang dikalibrasi adalah neraca, timbangan dan anak timbang.

* Kalibrasi volume

Alat ukur yang dikalibrasi adalah labu ukur, pipet volumetri, pipet ukur dan buret.

* Kalibrasi suhu

Alat ukur yang dikalibrasi adalah termometer, oven dll.

Pada saat mengkalibrasi suatu alat, ada beberapa hal yang harus diperhatikan diantaranya :

1. Alat yang akan dikalibrasi dalam keadaan bersih dan kering.
2. Kebersihan dan kedataran dari neraca elektronik yang akan digunakan.
3. Pada saat menghimpitkan cairan maupun suatu larutan posisi alat tersebut harus sejajar dengan mata.
4. Untuk alat-alat tertentu ada yang tidak boleh kontak langsung dengan tangan akan dapat mempengaruhi akurasi dan kalibrasi yang dilakukan.
5. Cara menyeka yang benar dan sesuai dengan prosedur standard.
6. Persyaratan kalibrasi.
7. Standar acuan yang mampu telusur ke standar Nasional/Internasional.
8. Metoda kalibrasi yang diakui secara Nasional/Internasional.
9. Personil kalibrasi yang terlatih, yang dibuktikan dengan sertifikasi dari laboratorium yang terakreditasi.
10. Ruangan/tempat kalibrasi yang terkondisi, seperti suhu, kelembaban, tekanan udara, aliran udara, dan kedap getaran.
11. Alat yang dikalibrasi dalam keadaan berfungsi baik/tidak rusak.
12. Sumber – sumber yang mempengaruhi hasil kalibrasi :
13. Prosedur
14. Kalibrator
15. Tenaga pengkalibrasi
16. Periode kalibrasi
17. Lingkungan
18. Alat yang dikalibrasi

1. Prosedur kalibrasi
2. Identifikasi alat yang dikalibrasi
3. Membuat jadwal kalibrasi (Internal/eksternal)
4. Menyiapkan alat/bahan
5. Melakukan kalibrasi
6. Membuat laporan kalibrasi
7. Evaluasi hasil kalibrasi
8. Sesuai standar

* Ya (mencatat / memasang label kalibrasi)
* Tidak (melakukan evaluasi data dampak dari penyimpangan alat)

1. Metode kalibrasi secara umum dibagi menjadi 2 :
2. Metode telusur ke standar acuan yaitu melakukan kalibrasi alat ukur yang mengacu kepada standar Nasional atau Internasional.
3. Metode perbandingan yaitu membandingkan alat ukur yang sedang dikalibrasi dengan alat ukur terkalibrasi (bersertifikat).
4. Periode (selang) kalibrasi

Selang kalibrasi suatu alat ukur tergantung pada karakteristik dan tujuan pemakaiannya. Ditinjau dari segi karakteristiknya, makin tinggi kualitas metrologis makin panjang selang kalibrasinya. Dan bila ditinjau dari tujuan pemakaiannya, semakin kritis dampak hasil ukurannya semakin pendek selang kalibrasinya. Jadi secara umum selang kalibrasi dipengaruhi oleh : jenis alat ukur, frekuensi pemakaian dan pemeliharaan.

Selang kalibrasi dapat dilaksanakan menurut :

1. Waktu kalender, misalnya 6 bulan sekali, setahun sekali.
2. Waktu pemakaian, misalnya : 1000 jam pakai, 5000 jam pakai.
3. Kombinasi cara pertama dan kedua diatas, misalnya 6 bulan sekali atau 1000 jam pakai.

**STANDAR NASIONAL atau INTERNASIONAL**

Pada kalibrasi diperlukan beberapa standard acuan yang mampu telusur. Standard nasional atau internasional yang sering digunakan sebagai acuan antara lain :

* SNI (Standar Nasional Indonesia)
* ISO (International standard of Organization)
* ASTM (American Standard of Testing Material)
* AS (Australian Standard)
* JIS (Japan Industrial Standard)

Sumber acuan yang digunakan untuk prosedur kalibrasi, ditinjau dari kegunaannya :

* Sumber yang paling baik yaitu buku manual pada setiap alat instrumen
* Sumber secara teknis yaitu SOP perusahaan
* Sumber secara umum yaitu ASTM, SNI, ISO, AS dll
* Sumber secara praktis yaitu dari SOP alat sejenis di tempat lain

Sedangkan Instansi yang dapat melakukan kalibrasi eksternal adalah instansi yang ditunjuk oleh Komite Akreditasi Nasional, diantaranya yaitu BBIA, Puslit KIM Serpong, Sucofindo.

**Cara mengkalibrasi/verifikasi labu takar**

1. Siapkan labu takar yang akan diverifikasi beserta tutupnya

2. Bersihkan labu takar dan keringkan

3. Timbang labu takar kosong kosong beserta tutupnya. Catat data yang diperoleh.

4. Isi labu takar dengan aquadest sampai di atas tanda batas. Seka dengan kertas saring bagian dalam atas labu takar. Impitkan air suling sampai tanda batas dengan cara disedot dengan menggunakan pipet tetes. Tutup

segera labu takar.

5. Timbang berat labu takar yang telah berisi aquadest beserta tutupnya. Catat data yang diperoleh.

6. Ukur suhu aquadest segera setelah penimbangan

7. Keluarkan aquadest dari labu takar dengan cara disedot dengan pipet tetes sampai batas leher labu takar untuk melakukan ulangan ke 2 dan seterusnya

8. Lakukan instruksi kerja no 5 sampai dengan no 8 minimal 5 kali ulangan.

**Cara Memverifikasi Pipet Volume**

1. Cuci pipet volume sampai bersih, kemudian keringkan bagian luarnya

2. Cuci penampung air atau botol timbang sampai bersih, kemudian bilas dengan alkohol dan keringkan.

3. Timbang dan catat bobot kosong penampung air/botol timbang.

4. Bilas pipet volume dengan aquadest sebelum digunakan minimal 2 kali.\* Pipet aquadest dengan dengan pipet volume yang akan diverifikasi sampai kira-kira 1 cm di atas tanda batas.

5. Seka ujung pipet volume

6. Ukur suhu aquadest segera setelah penimbangan

7. Keluarkan aquadest dari labu takar dengan cara disedot dengan pipet tetes sampai batas leher labu takar untuk melakukan ulangan ke 2 dan seterusnya

8. Lakukan instruksi kerja no 5 sampai dengan no 8 minimal 5 kali ulangan.

**Cara memverifikasi Buret**

1. Timbang beaker/erlenmeyer kosong

2. Turunkan aquadest dari buret yang akan dikalibrasi sampai volume tertentu, tampung dalam beaker/erlenmeyer

3. Hitung berat air dalam beaker/erlenmeyer

4. Cari BD air dalam handbook pada suhu yang tercatat

5. Hitung volume air, bandingkan volume tersebut dengan range volume pada buret

1 2

2 8

3 a. 2

b. 4

4 a. 3

b. 8

5. 7