

**INSTRUKSI KERJA  
PRANATA LITBANG**

**LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI**



**KALIBRASI/ VERIFIKASI ALAT AAS  
FLAME DUO AGILENT  
240FS/240Z AA**

No.Dok. : IK. 5.10-02-01  
Edisi : I  
Revisi : 1  
Tanggal : 15 April 2019  
Halaman : 1 dari 4

**1. Tujuan**

Untuk menjamin bahwa peralatan AAS memiliki kinerja yang sesuai dengan persyaratan/spesifikasi yang ditentukan dan menjamin keabsahan hasil pengukuran/pengujian dan ketertelusurannya.

**2. Ruang Lingkup**

Analisis yang menggunakan peralatan AAS dikelompokkan ke dalam metode analisis instrumental. Sebelum digunakan, kondisi peralatan AAS harus dioptimalkan terlebih dahulu atau di-kalibrasi/verifikasi kinerjanya untuk masing-masing logam yang akan dianalisis. Parameter – parameter yang di-kalibrasi/verifikasi meliputi: penentuan batas linearitas (*working range*), presisi (kecermatan), sensitivitas (kepekaan), dan batas deteksi (*Instrument Detection Limit/IDL*).

**3. Acuan**

- PM. 5 : Proses dan Manajemen
- Manual AAS Agilent AA240
- ASTM E 663-86 Standard for Flame Atomic Absorption Analysis

**4. Definisi**

-

**5. Langkah Pelaksanaan**

**A. Pembuatan larutan pengencer**

Tambahkan 1,5 mL asam nitrat pekat p.a ke dalam setiap 1 L air suling.

**B. Pembuatan larutan baku logam X**

Encerkan larutan induk logam X menggunakan larutan pengencer sampai kadar tertentu.

**INSTRUKSI KERJA  
PRANATA LITBANG**

**LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI**



**KALIBRASI/ VERIFIKASI ALAT AAS  
FLAME DUO AGILENT  
240FS/240Z AA**

No.Dok. : IK. 5.10-02-01  
Edisi : I  
Revisi : 1  
Tanggal : 15 April 2019  
Halaman : 2 dari 4

*Catatan:* biasanya larutan induk logam X mempunyai kadar 1000 mg/L.

**C. Pembuatan larutan kerja logam X**

Pipet 0,0 mL; a mL; b mL; c mL; dan d mL larutan baku logam X ke dalam 5 buah labu ukur. Tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh konsentrasi X masing-masing 0,0 mg/L; A mg/L; B mg/L; C mg/L; dan D mg/L.

*Catatan:* Sesuaikan deret konsentrasi larutan kerja logam X yang dibuat dengan kurva kalibrasi yang disarankan untuk masing-masing logam.

**D. Penentuan Batas Linearitas (*Working range*)**

1. Ukur absorbansi masing-masing larutan kerja logam X pada panjang gelombang yang sesuai sebanyak 7x pengulangan.
2. Hitung rata-rata absorbansi setiap larutan kerja logam X (Notasi :  $\bar{X}$ ).
3. Buat kurva kalibrasi dengan konsentrasi larutan kerja logam X sebagai sumbu X dan rata-rata absorbansi sebagai sumbu Y.
4. Tentukan batas linearitas kurva kalibrasi dengan memilih titik-titik berurutan yang memberikan nilai  $r \geq 0,9990$

**E. Penentuan presisi (kecermatan)**

1. Hitung nilai standar deviasi (SD) dari data absorbansi setiap masing-masing larutan kerja logam X.
2. Kemudian hitung nilai RSD menggunakan rumus berikut:

$$RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

3. Peralatan dapat dinyatakan memiliki presisi yang baik jika nilai RSD < 1 %.

**INSTRUKSI KERJA  
PRANATA LITBANG**

**LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI**



**KALIBRASI/ VERIFIKASI ALAT AAS  
FLAME DUO AGILENT  
240FS/240Z AA**

No.Dok. : IK. 5.10-02-01  
Edisi : I  
Revisi : 1  
Tanggal : 15 April 2019  
Halaman : 3 dari 4

**F. Penentuan sensitivitas (kepekaan)**

1. Bandingkan slope dari kurva kalibrasi point **D** dengan slope dari data *cookbook* AAS Agilent. Jika slope masih sama berarti sensitivitas alat masih bagus.

Cara penentuan sensitivitas lainnya adalah:

1. Pilih satu larutan kerja **logam X** (konsentrasi  $C_1$ ) pada kurva kalibrasi (jika memungkinkan pilihlah yang memiliki nilai  $0,2 < \text{Absorbansi} < 0,4$ )
2. Absorban rata-rata yang diperoleh, dinyatakan sebagai  $A_1$ .
3. Tentukan sensitivitas alat menggunakan rumus berikut:

$$S = 0,0044 \times \frac{C_1}{A_1}$$

4. Bandingkan dengan nilai sensitivitas ( $S$ ) dari data *cook book* AAS Agilent. Jika nilai  $S$  yang diperoleh  $< 1,25 \times S$  data *cookbook*, berarti sensitivitas alat masih bagus.

Catatan: Apabila sensitivitas mengalami penurunan hingga 25% dari yang seharusnya, maka prosedur optimasi peralatan seperti yang tercantum pada IK operasional AAS (pada menu **Flame Optimization**) **harus dilakukan kembali.**

**G. Penentuan batas deteksi (Instrument Detection Limit/IDL)**

1. Lihat data pengukuran larutan kerja **logam X** yang terendah pada kurva kalibrasi (blanko). Jika nilai absorbansinya terukur, maka data ini diambil sebagai dasar penentuan IDL. Rumus yang digunakan:

**INSTRUKSI KERJA  
PRANATA LITBANG**

**LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI**



**KALIBRASI/ VERIFIKASI ALAT AAS  
FLAME DUO AGILENT  
240FS/240Z AA**

No.Dok. : IK. 5.10-02-01  
Edisi : I  
Revisi : 1  
Tanggal : 15 April 2019  
Halaman : 4 dari 4

$$IDL = \bar{X} + 3SE$$

2. Jika absorbansi blanko tidak terukur, tambahkan beberapa tetes larutan kerja logam X, sehingga ada nilai absorbansi yang terukur. IDL ditentukan dengan rumus:

$$IDL = 3SD$$

Nilai IDL dalam satuan mg/L, sehingga harus dilakukan konversi dari satuan Absorban Unit (dari data SD) menjadi mg/L.

**6. Dokumen Terkait :**

-

*Dibuat oleh:*

*Diperiksa oleh:*

*Disahkan oleh:*

Dokumen ini milik LPTB

Isi dokumen ini tidak diperkenankan untuk digandakan tanpa ijin LPTB