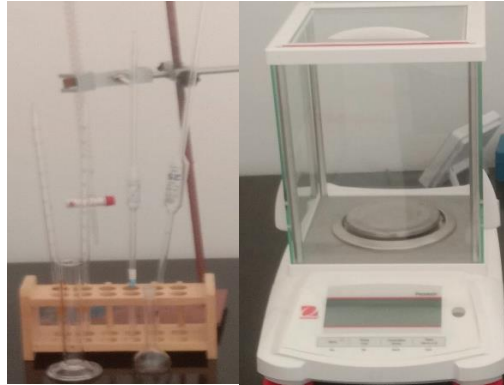


**PENUNTUN PRAKTIKUM
KALIBRASI VOLUMETRIK DAN TIMBANGAN**



TIM PENYUSUN:

LA BOI, S.Pi., M.P

IWAN JAYA SAMUDRA, S.Si

**UPT LABORATORIUM TERPADU
UNIVERSITAS HALU OLEO
KENDARI
2024**

DAFTAR ISI

| | |
|---|-----------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| DAFTAR ISI | ii |
| I. KALIBRASI VOLUMETRIK | 1 |
| A. Ruang Lingkup | 1 |
| B. Parameter Kalibrasi | 1 |
| a. Menentukan Volume Standar | 1 |
| b. Menentukan Nilai Koreksi | 2 |
| c. Evaluasi Ketidakpastian | 2 |
| d. Evaluasi Kelayakan Alat | 6 |
| C. Prosedur Kalibrasi | 6 |
| a. Mempersiapkan Peralatan dan Bahan | 6 |
| b. Membersihkan Peralatan Volumetrik | 7 |
| c. Prosedur Pengaturan Miniskus | 7 |
| d. Prosedur Pengisian | 8 |
| e. Prosedur Penimbangan | 9 |
| f. Kegiatan Sebelum Pengambilan Data | 9 |
| g. Langkah-Langkah Pengambilan Data | 9 |
| D. Tugas | 10 |
| E. Lembar Kerja Kalibrasi Volumetrik | 11 |
| II. KALIBRASI TIMBANGAN | 12 |
| A. Ruang Lingkup | 12 |
| B. Parameter Kalibrasi | 12 |
| a. Kemampuan Ulang Pembacaan | 12 |
| b. Koreksi Pembacaan Timbangan | 12 |
| c. Pengaruh Pembebanan Tidak di Tengah/Pusat | 13 |
| d. Histerisis/Bebas Kejut | 13 |
| C. Prosedur Kalibrasi | 14 |
| a. Prasyarat dan Persiapan | 14 |
| b. Pengamatan Kemampuan Ulang Pembacaan | 14 |
| c. Pengamatan Koreksi Pembacaan Timbangan | 15 |
| d. Pengamatan Pengaruh Pembebanan Tidak di Tengah/Pusat | 16 |
| e. Pengamatan Histerisis/Bebas Kejut..... | 17 |
| D. Tugas | 17 |
| E. Lembar Kerja Kalibrasi Timbangan | 18 |
| PUSTAKA | |

I. KALIBRASI VOLUMETRIK

A. Ruang Lingkup

- Prosedur ini digunakan untuk melaksanakan kalibrasi peralatan volumetrik yang berfungsi sebagai wadah dan atau pemindah cairan meliputi labu ukur, pipet ukur, pipet volume, labu ukur, buret, gelas ukur, piknometer, serta peralatan volumetrik lainnya yang memiliki kapasitas 1 ml – 100 ml
- Metode kalibrasi yang dijelaskan dalam penuntun ini adalah metode gravimetrik yang didasarkan pada pengukuran massa air yang diberikan ke atau dikeluarkan dari peralatan volumetrik.
- Prosedur ini tidak berlaku bagi peralatan volumetrik yang bekerja dengan sistem piston/ POVA (Piston Operated Volumetric Apparatus) peralatan volumetrik yang dilakukan dengan metode transfer atau pengukuran aliran.

B. Parameter Kalibrasi

a. Menentukan Volume standar

Persamaan umum untuk menghitung volume standar pada suhu 20 °C, dari massa air destilasi yang tertampung atau mengalir dari alat ukur volume adalah :

$$V_{20} = (I_L - I_E) \times \left(1 - \frac{\rho_{udara}}{\rho_{m_{ref}}}\right) \times \left(\frac{1}{\rho_{air} - \rho_{udara}}\right) \times (1 - \gamma(t - 20))$$

Dimana:

| | | |
|------------------|---|--|
| V_{20} | = | volume terhitung pada suhu referensi 20 °C |
| I_L | = | massa wadah ditambah isi |
| I_E | = | massa wadah kosong |
| ρ_{udara} | = | densitas udara |
| $\rho_{m_{ref}}$ | = | densitas anak timbangan yang digunakan untuk kalibrasi timbangan |
| ρ_{air} | = | densitas air |
| γ | = | koefisien muai volume material pembuat peralatan volumetrik |
| t | = | suhu air suling |

1. Penentuan densitas udara diasumsikan bernilai 1,2 kg/m³ atau sama dengan 0,0012 g/cm³
2. Penentuan densitas anak timbangan diasumsikan memiliki densitas 8000 kg/m³ atau 8 g/cm³
3. Penentuan densitas air dengan rumus persamaan interpolasi :

$$\begin{aligned} \delta a = & -2,1343 \cdot 10^{-10} \cdot t_{air}^4 + 5,1009 \cdot 10^{-8} \cdot t_{air}^3 - 7,7929 \cdot 10^{-6} \cdot t_{air}^2 \\ & + 5,0958 \cdot 10^{-5} \cdot t_{air} + 9,9993 \cdot 10^{-1} \end{aligned}$$

4. Menentukan koefisien muai volume material dengan tabel ASTM E 542-01 (2021)

TABLE X1.3 Coefficient of Cubical Expansion of Materials Commonly Used In Laboratory Ware

| Material | cm ³ /° C |
|--------------------------------------|----------------------|
| Fused silica (quartz) | 0.000016 |
| Borosilicate glass (Type I, Class A) | 0.000010 |
| Borosilicate glass (Type I, Class B) | 0.000015 |
| Soda-lime glass | 0.000025 |
| Polypropylene plastic | 0.000240 |
| Polycarbonate plastic | 0.000450 |
| Polystyrene plastic | 0.000210 |

Tabel 1. Perhitungan volume standar

| Nominal | Berat Air Suling | | | Rerata Penimbangan (g) | Std Deviasi Penimbangan | Volume standar (ml) | | | Rerata Volume Standar (ml) |
|---------|------------------|---|---|------------------------|-------------------------|---------------------|---|---|----------------------------|
| | 1 | 2 | 3 | | | 1 | 2 | 3 | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |

Berat Air Suling = (Berat kosong + Berat Air Suling)(I_L) – Berat kosong (I_E)

b. Menentukan nilai koreksi

Nilai Koreksi = Nilai volume standar – volume nominal alat

Tabel 2. Perhitungan koreksi

| No. | Nominal (mL) | Volume Standar (mL) | Koreksi (mL) |
|-----|--------------|---------------------|--------------|
| 1 | | | |
| 2 | | | |
| 3 | | | |
| 4 | | | |
| 5 | | | |

c. Evaluasi Ketidakpastian

Evaluasi ketidakpastian dilakukan terhadap setiap komponen yang berpengaruh dalam perhitungan volume standar. Hal ini bisa dilihat dari model matematisnya sebagai berikut :

$$V_{20} = (I_L - I_E) \times \left(1 - \frac{\rho_{udara}}{\rho_{m_{ref}}}\right) \times \left(\frac{1}{\rho_{air} - \rho_{udara}}\right) \times (1 - \gamma(t - 20))$$

Setelah diidentifikasi setiap komponen ketidakpastian, maka digabung hingga mendapatkan ketidakpastian bentangan pada tingkat kepercayaan 95%. Kontribusi ketidakpastian baku dari masing-masing sumber mengacu pada Pedoman KAN Pd-02.08 revisi: 0 (2019).

Berdasarkan rumus volume standar tersebut di atas, maka dapat diidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian pengukuran sebagai berikut :

1. Kontribusi dari Massa Air Tertimbang
2. Kontribusi dari Densitas Udara
3. Kontribusi dari Densitas Air
4. Kontribusi dari Densitas Anak Timbangan
5. Kontribusi dari Pengukuran Suhu Air
6. Kontribusi dari Koefisien Muai Volume Material
7. Kontribusi dari Pengaturan Meniskus (Daya Ulang Sistem Kalibrasi)

1. Kontribusi dari Massa Air Tertimbang :

$$u_{\Delta R} = \sqrt{(\sigma_{\text{timbangan}} / \sqrt{2})^2 + (LOP_{\text{timbangan}} / 2\sqrt{3})^2}$$

$$c_{\Delta R} = \{(\rho_{AT} - \rho_{\text{udara}}) / \rho_{AT} (\rho_{\text{air}} - \rho_{\text{udara}})\} \cdot \{1 - \gamma(20 - t)\}$$

Dimana :

- $u_{\Delta R}$ = ketidakpastian baku bersumber dari massa air tertimbang
- $\sigma_{\text{timbangan}}$ = standar deviasi timbangan, jika nilai $\sigma_{\text{timbangan}} = 0,00016$
- $LOP_{\text{timbangan}}$ = limit of performance timbangan, jika nilai $LOP_{\text{timbangan}} = 0,0024$
- $C_{\Delta R}$ = koefisien sensitivitas dari ketidakpastian $u_{\Delta R}$
- ρ_{AT} = densitas anak timbangan yang digunakan untuk kalibrasi timbangan
- ρ_{udara} = densitas udara
- ρ_{air} = densitas air
- γ = koefisien muai volume material pembuat peralatan volumetrik
- t = suhu air suling

2. Kontribusi dari Densitas Udara :

$$u(\rho_{\text{udara}}) = 0.12 / \sqrt{3}$$

$$c_{\rho_{\text{udara}}} = \Delta R \cdot \{(\rho_{AT} - \rho_{\text{udara}}) / \rho_{AT} (\rho_{\text{air}} - \rho_{\text{udara}})^2\} \cdot \{1 - \gamma(20 - t)\}$$

Dimana :

- $u(\rho_{\text{udara}})$ = ketidakpastian baku bersumber dari densitas udara, $0,12 \text{ kg/m}^3 = 0,00012 \text{ g/cm}^3$
- $c_{\rho_{\text{udara}}}$ = koefisien sensitivitas dari ketidakpastian $u(\rho_{\text{udara}})$
- ΔR = massa air tertimbang (diambil rerata penimbangan maksimum)...lihat tabel perhitungan volume standar
- ρ_{AT} = densitas anak timbangan yang digunakan untuk kalibrasi timbangan
- ρ_{udara} = densitas udara
- ρ_{air} = densitas air
- γ = koefisien muai volume material pembuat peralatan volumetrik
- t = suhu air suling

3. Kontribusi dari Densitas Air :

$$u(\rho_{air}) = 0.05$$

$$c_{\rho_{air}} = -\Delta R \cdot \{(\rho_{AT} - \rho_{udara}) / \rho_{AT} (\rho_{air} - \rho_{udara})^2\} \cdot \{1 - \gamma(20 - t)\}$$

Dimana :

- $u(\rho_{air})$ = ketidakpastian baku bersumber dari densitas air, $0,05 \text{ kg/m}^3 = 0,00005 \text{ g/cm}^3$
- $c_{\rho_{air}}$ = koefisien sensitivitas dari ketidakpastian $u(\rho_{air})$
- ΔR = massa air tertimbang (diambil rerata penimbangan maksimum)...lihat tabel perhitungan volume standar
- ρ_{AT} = densitas anak timbangan yang digunakan untuk kalibrasi timbangan
- ρ_{udara} = densitas udara
- ρ_{air} = densitas air
- γ = koefisien muai volume material pembuat peralatan volumetrik
- t = suhu air suling

4. Kontribusi dari Densitas Anak Timbangan :

$$u(\rho_{AT}) = 800 / \sqrt{3}$$

$$c_{AT} = \Delta R \cdot \{\rho_{udara} / \rho_{AT}^2 (\rho_{air} - \rho_{udara})\} \cdot \{1 - \gamma(20 - t)\}$$

Dimana :

- $u(\rho_{AT})$ = ketidakpastian baku bersumber dari densitas AT, $800 \text{ kg/m}^3 = 0,8 \text{ g/cm}^3$
- c_{AT} = koefisien sensitivitas dari ketidakpastian $u(\rho_{AT})$
- ΔR = massa air tertimbang (diambil rerata penimbangan maksimum)...lihat tabel perhitungan volume standar
- ρ_{AT} = densitas anak timbangan yang digunakan untuk kalibrasi timbangan
- ρ_{udara} = densitas udara
- ρ_{air} = densitas air
- γ = koefisien muai volume material pembuat peralatan volumetrik
- t = suhu air suling

5. Kontribusi dari Pengukuran Suhu Air :

$$u(t) = \sqrt{(U_{95,sert,termometer}/k)^2 + (|t_{max,air} - t_{min,air}| / 2\sqrt{3})^2}$$

$$c_t = -\Delta R \cdot \{(\rho_{AT} - \rho_{udara}) / \rho_{AT} (\rho_{air} - \rho_{udara})\} \cdot \gamma$$

Dimana :

- $u(t)$ = ketidakpastian baku bersumber dari pengukuran suhu air
- $U_{95,sert,termometer}$ dan k = hasil kalibrasi termometer air, jika $U(95,sert,termometer)$ nilainya = 0,22 dan $k=2$
- $t_{max,air}$ dan $t_{min,air}$ = suhu maksimum dan minimum dari pengukuran suhu air
- c_t = koefisien sensitivitas dari ketidakpastian $u(t)$
- ΔR = massa air tertimbang (diambil rerata penimbangan maksimum)...lihat tabel perhitungan volume standar
- ρ_{AT} = densitas anak timbangan yang digunakan untuk kalibrasi timbangan
- ρ_{udara} = densitas udara

ρ_{air} = densitas air
 γ = koefisien muai volume material pembuat peralatan volumetrik

6. Kontribusi dari Koefisien Muai Volume Material :

$$u(\gamma) = 0.1\gamma / \sqrt{3}$$

$$c_\gamma = \Delta R \cdot \{(\rho_{AT} - \rho_{udara}) / \rho_{AT}(\rho_{air} - \rho_{udara})\} \cdot (20 - t)$$

Dimana :

$u(\gamma)$ = ketidakpastian baku bersumber dari koefisien muai volume material
 c_γ = koefisien sensitivitas dari ketidakpastian $u(\gamma)$
 ΔR = massa air tertimbang (diambil rerata penimbangan maksimum)...lihat tabel perhitungan volume standar
 ρ_{AT} = densitas anak timbangan yang digunakan untuk kalibrasi timbangan
 ρ_{udara} = densitas udara
 ρ_{air} = densitas air
 t = suhu air suling

7. Kontribusi dari Pengaturan Meniskus (Daya Ulang Sistem Kalibrasi):

$$u_{meniskus} = \sigma_{control_chart} / \sqrt{n}$$

Dimana :

$u_{miniskus}$ = ketidakpastian baku bersumber dari pengaturan meniskus
 $c_{miniskus}$ = 1
 $\sigma_{control_chart}$ = standar deviasi dari data control chart, jika nilainya = 0.007785981
 n = jumlah pengambilan data untuk control chart, jika $n = 12$

Ketidakpastian baku gabungan :

$$u_{V_{20}} = \sqrt{c_{\Delta R}^2 u_{\Delta R}^2 + c_{\rho_{udara}}^2 u_{\rho_{udara}}^2 + c_{\rho_{air}}^2 u_{\rho_{air}}^2 + c_{\rho_{AT}}^2 u_{\rho_{AT}}^2 + c_t^2 u_t^2 + c_\gamma^2 u_\gamma^2 + u_{miniskus}^2}$$

Derajat bebas efektif :

$$V_{eff} = \frac{u_{V_{20}}^4}{\frac{(u_1 \cdot c_1)^4}{v_1} + \frac{(u_2 \cdot c_2)^4}{v_2} + \frac{(u_3 \cdot c_3)^4}{v_3} + \dots + \frac{(u_i \cdot c_i)^4}{v_i}}$$

Faktor cakupan, k , lihat tabel distribusi t-student dengan derajat bebas V_{eff} dan probabilitas 5%
 Ketidakpastian bentangan pada tingkat kepercayaan 95% dengan nilai faktor cakupan k .

Menghitung hingga U_{95}

$$U_{95} = k \cdot u_{V_{20}}$$

Tabel 3. Perhitungan Evaluasi ketidakpastian

| Kontribusi | Sat. | ui | vi | ci | ui*ci | (ui*ci) ² | (ui*ci) ⁴ /vi | |
|---|---------------------|-------------------------|-----|-----|-----------|----------------------|--------------------------|--|
| Massa air tertimbang | gram | u ΔR | 60 | 60 | c ΔR | | | |
| Densitas udara | g/cm ³ | u (ρ _{udara}) | 200 | 200 | c ρ-udara | | | |
| Densitas air | g/cm ³ | u (ρ _{air}) | 200 | 200 | c ρ-air | | | |
| Densitas AT | g/cm ³ | u (ρ _{AT}) | 200 | 200 | c AT | | | |
| Pengukuran suhu air | °C | u (t) | 60 | 60 | c t | | | |
| Koefisien muai volume material | cm ³ /°C | u (γ) | 200 | 200 | c γ | | | |
| Pengaturan meniskus | mL | u _{meniskus} | n-1 | 11 | 1 | 1 | | |
| Jumlah | | | | | | | | |
| Ketidakpastian baku gabungan, uc | | | | | | | | |
| Derajat bebas efektif, Veff | | | | | | | | |
| Faktor cakupan, k-student's for v eff and CL 95 % | | | | | | | | |

d. Evaluasi Kelayakan Alat

Syarat: $|Koreksi| + |U95| \leq \text{Toleransi}$

1. Apabila nilai $|Koreksi| + |U95|$ lebih kecil atau sama dengan nilai toleransi alat, maka alat tersebut memenuhi persyaratan toleransi sehingga dinyatakan layak untuk digunakan.
2. Apabila nilai $|Koreksi| + |U95|$ lebih besar dari nilai toleransi alat, maka alat tersebut tidak memenuhi persyaratan toleransi sehingga dinyatakan tidak layak untuk digunakan.

C. Prosedur Kalibrasi

a. Mempersiapkan Peralatan dan Bahan

- Timbangan pan tunggal (mekanik maupun elektronik)
- Termometer untuk mengukur air
- Termohyrometer
- Barometer (opsional)
- Aquades / air terdistilasi / terdeionisasi
- Pipet tetes
- Bola karet penghisap
- Tisu/lap kering

b. Membersihkan peralatan volumetrik

- Gelas ukur harus dibersihkan dengan baik sebelum dikalibrasi atau digunakan. Permukaan gelas atau bahan peralatan volumetrik lainnya harus cukup bersih sehingga permukaan tersebut dapat basah secara merata. Untuk peralatan volumetrik yang terbuat dari plastik, proses membersihkannya harus menggunakan cairan yang tidak merusak dan merubah warna wadah volumetrik tersebut. Permukaan dalam wadah volumetrik yang kurang bersih dapat menyebabkan ketidakteraturan kapasitas karena permukaan air yang bersentuhan dengan dinding wadah menjadi tidak merata.
- Cairan yang bisa digunakan untuk membersihkan wadah gelas adalah larutan pembersih sodium dichromatic-sulfuric acid, nitric acid, fuming sulfuric acid, alkohol, dan air. Pemilihan cairan pembersih tersebut hendaknya disesuaikan dengan jenis kotoran atau kontaminan dan bahan wadah volumetrik. Setelah proses pembersihan dengan larutan pembersih dan dicuci dengan air keran, wadah tersebut hendaknya dicuci dengan air distilasi.
- Setelah proses pembersihan, wadah hendaknya dicuci dengan ethyl alcohol dan dikeringkan dengan udara bersih pada temperatur kamar.

c. Prosedur Pengaturan Miniskus

- Untuk peralatan volumetrik yang terbuat dari bahan gelas, meniskus harus diatur sedemikian hingga batas atas garis skala atau garis kapasitas menyentuh permukaan meniskus terendah secara horisontal, garis batas atas skala terlihat segaris dengan batas bawah meniskus, yang dapat diilustrasikan dalam gambar berikut:

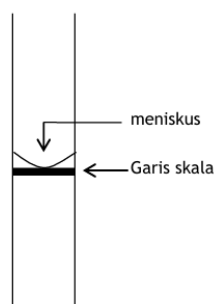


Fig.1. pengaturan meniskus air

- Untuk dapat melakukan pengaturan meniskus dengan baik, pencahayaan harus diatur sedemikian rupa sehingga meniskus tampak gelap dan kontras dengan latar belakang, dalam hal ini bila meniskus dilihat terhadap latar belakang putih dan terlindung dari cahaya yang tidak dikehendaki. Hal ini dapat dicapai, misalnya dengan menempelkan selembar kertas hitam melingkari gelas volumetrik dengan jarak tidak lebih dari 1 mm dibawah garis skala atau garis batas kapasitas. Lebar kertas hitam paling tidak sama dengan diameter gelas

volumetrik. Pemasangan kertas hitam untuk membantu pengaturan meniskus dapat diilustrasikan dengan gambar berikut:

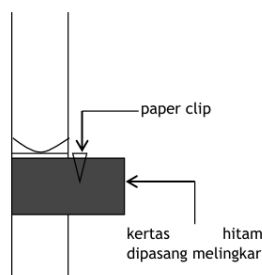


Fig.2. penggunaan kertas hitam dalam pengaturan meniskus

d. Prosedur Pengisian

1. Pengisian air ke dalam peralatan volumetrik (untuk jenis “to contain” atau “in-type”):
 - Pengisian awal hendaknya dilakukan sedikit (dalam orde mm) di atas garis skala atau garis batas permukaan air untuk kapasitas volumetrik yang dikalibrasi, kemudian pengaturan meniskus dilakukan dengan mengambil kelebihan air sedikit demi sedikit menggunakan pipa gelas kapiler atau peralatan lain yang memadai.
 - Khusus untuk kalibrasi pipet (in-type), pengambilan kelebihan air hendaknya dilakukan menggunakan kertas filter.
 - Sebagai alternatif, dinding wadah hendaknya dibasahi terlebih dahulu sedikit diatas (dalam orde mm) garis skala atau batas skala permukaan air untuk kapasitas volumetrik yang dikalibrasi.
 - Kemudian wadah diisi sampai dengan sedikit dibawah (dalam orde mm) garis skala atau batas skala permukaan air untuk kapasitas volumetrik yang dikalibrasi dengan cara mengalirkan air melalui dinding wadah yang telah dibasahi.
2. Penampungan air yang dipindahkan dari peralatan volumetrik (untuk jenis “to deliver” atau “ex-type”):
 - Peralatan volumetrik yang akan dikalibrasi harus dipasang secara vertical dengan penyangga yang memadai dan diisi dengan air sedikit di atas (dalam orde mm) garis skala atau garis batas permukaan air untuk kapasitas volumetrik yang dikalibrasi, kemudian sisa air yang terdapat pada ujung keluaran peralatan yang dikalibrasi.
 - Pengaturan meniskus kemudian dilakukan dengan mengeluarkan air perlahan-lahan dengan sebuah pipa gelas ditempelkan ke ujung keluaran peralatan volumetrik dengan posisi miring.
 - Setelah posisi meniskus tercapai, keluarkan air dari peralatan yang dikalibrasi ke dalam sebuah wadah yang bersih, proses pemindahan air dari peralatan yang dikalibrasi hendaknya dilakukan dalam waktu yang sesuai dengan spesifikasi peralatan yang dikalibrasi.

e. Prosedur Penimbangan

- Diperlukan 2 penimbangan, masing-masing untuk wadah dalam keadaan kosong dan wadah dalam keadaan terisi, kemudian catat pembacaan untuk wadah dalam keadaan kosong dan wadah dalam keadaan terisi.
- Perbedaan antara massa wadah dalam keadaan terisi I_L dengan wadah dalam keadaan kosong I_E , merupakan nilai yang mewakili massa air yang diisikan ke dalam atau dipindahkan dari peralatan volumetrik, karena penentuan massa air ditentukan berdasarkan perbedaan hasil penimbangan dengan massa tertentu, dalam hal ini tidak diperlukan pengaturan nol secara presisi.
- Proses penimbangan harus dilakukan dalam waktu yang singkat (*repeatability condition*) untuk menjamin bahwa I_E dan I_L diperoleh dalam kondisi penimbangan yang sama.
- Prosedur penimbangan di atas harus diulangi dengan jumlah pengulangan (n) yang memadai untuk memperoleh ketidakpastian pengukuran yang dikehendaki oleh laboratorium.
- Pengukuran temperatur air harus dilakukan terhadap air di dalam penampungan dan terhadap air di dalam wadah sebelum dan sesudah penimbangan.
- Pengukuran temperatur udara, kelembaban relatif udara dan tekanan udara harus dilakukan minimal sebelum pelaksanaan kalibrasi dan setelah pelaksanaan kalibrasi sebuah peralatan volumetrik.

f. Kegiatan Sebelum Pengambilan Data

- Menunggu kondisi kesetimbangan termal antara alat yang dikalibrasi dan kalibrator.
- Catat spesifikasi alat yang akan dikalibrasi dan identitas peralatan standar yang digunakan.
- Pahami betul bagaimana cara membaca meniskus pada peralatan volumetrik
- Pahami betul bagaimana proses pengisian aquades / mengeluarkan aquades
- Pahami betul bagaimana prosedur penimbangan dan prosedur pengukuran parameter lainnya

g. Langkah-Langkah Pengambilan Data

a) Langkah Pengambilan Data (TC, In) – Gelas Ukur :

1. Ukur T udara, RH, tekanan udara, T air penampungan, catat;
2. Siapkan neraca dan set titik nol;
3. Timbang gelas ukur kosong (I_E), catat;
4. Keluarkan gelas ukur dan taruh di atas meja;
5. Tambahkan air suling hingga mencapai posisi meniskusnya untuk nominal pertama. Bersihkan tetes air yang menempel;
6. Timbang gelas ukur yang sudah berisi (I_L), catat;
7. Ulangi langkah 5-6 untuk nominal selanjutnya hingga kapasitas maksimal.

8. Ukur temperatur air di dalam gelas ukur, catat;
 9. Keluarkan air dari gelas ukur;
 10. Ulangi langkah 5-9 sejumlah n kali;
 11. Ukur T udara, RH, tekanan udara, T air penampungan, catat;
- b) Langkah Pengambilan Data (TD, Ex) – Pipet Ukur / Buret :**
1. Ukur T udara, RH, tekanan udara, T air penampungan, catat;
 2. Siapkan neraca dan set titik nol;
 3. Hisap air suling kedalam pipet ukur / buret, atur meniskusnya;
 4. Timbang wadah (erlenmeyer / beker glass) kosong (I_E), catat;
 5. Keluarkan air dari dalam pipet ukur / buret untuk nominal pertama dan masukkan ke dalam wadah kosong yang sudah ditimbang;
 6. Timbang wadah yang sudah berisi (I_L), catat;
 7. Gunakan wadah pada langkah 6 untuk menambahkan air dari dalam pipet ukur / buret untuk nominal kedua;
 8. Ulangi langkah 6-7 untuk nominal selanjutnya hingga kapasitas maksimal.
 9. Ukur temperatur air di dalam wadah, catat, lalu keluarkan air dari wadah;
 10. Ulangi langkah 3-9 sejumlah n kali;
 11. Ukur T udara, RH, tekanan udara, T air penampungan, catat;

D. Tugas

Lakukan kalibrasi salah satu alat volumetrik yang terbuat dari bahan gelas berikut : Labu ukur, gelas ukur, pipet ukur, pipet volume, dan buret. Berdasarkan data hasil kalibrasi tersebut, hitunglah:

- a. volume standar,
- b. koreksi,
- c. evaluasi ketidakpastian
- d. Evaluasi kelayakan alat

E. Lembar Kerja Kalibrasi Volumetrik

KALIBRASI VOLUMETRIK

IDENTITAS ALAT

Nama :
 Merek :
 Kelas/Kode :
 Bahan Gelas : Borosilikat

Deskripsi

Kapasitas : ml
 Toleransi \pm : ml
 Resolusi : ml
 Suhu : °C

DATA HASIL KALIBRASI

Timbangan :
 Indikator + TC :
 Suhu Air :
 TH yang dipakai :

1. Kondisi Lingkungan

| Parameter | Suhu air | Suhu udara | RH udara | Tekanan udara |
|------------------|----------|------------|----------|---------------|
| Awal | | | | |
| Akhir | | | | |
| Rata-rata | | | | |
| Kor. Sertifikat | | | | |
| Nilai Terkoreksi | | | | |

2. Penimbangan

| Volume nominal (ml)= | | Volume nominal (ml)= | | Volume nominal (ml)= | |
|------------------------------------|---|------------------------------------|---|------------------------------------|---|
| Berat kosong (g) (I_E) = | | Berat kosong (g) (I_E) = | | Berat kosong (g) (I_E) = | |
| Ulangan | (Berat kosong + Berat Air Suling) (I_L) | Ulangan | (Berat kosong + Berat Air Suling) (I_L) | Ulangan | (Berat kosong + Berat Air Suling) (I_L) |
| 1 | | 1 | | 1 | |
| 2 | | 2 | | 2 | |
| 3 | | 3 | | 3 | |
| | | | | | |

| Volume nominal (ml) = | | Volume nominal (ml)= | | Volume nominal (ml)= | |
|------------------------------------|---|------------------------------------|---|------------------------------------|---|
| Berat kosong (g) (I_E) = | | Berat kosong (g) (I_E) = | | Berat kosong (g) (I_E) = | |
| Ulangan | (Berat kosong + Berat Air Suling) (I_L) | Ulangan | (Berat kosong + Berat Air Suling) (I_L) | Ulangan | (Berat kosong + Berat Air Suling) (I_L) |
| 1 | | 1 | | 1 | |
| 2 | | 2 | | 2 | |
| 3 | | 3 | | 3 | |

II. KALIBRASI TIMBANGAN

A. Ruang Lingkup

Kalibrasi timbangan elektronik yang mempunyai kapasitas timbangan antara 1 mg sampai dengan 200 gram, menggunakan anak timbangan standar kelas F1 atau E2 sesuai persyaratan yang berlaku secara internasional.

B. Parameter Kalibrasi

a. Kemampuan Ulang Pembacaan

- Pengukuran ulangan pembacaan s , timbangan adalah ketidakpastian baku yang berasal dari pengukuran massa tunggal. Ketika menggunakan timbangan terkalibrasi, pengukuran masa tunggal terdiri dari pembacaan nol z dan pembacaan r , dengan obyek massa yang diukur diatas piringan (pan). Bila perubahan nilai (drift) harus diperhitungkan maka pengukuran nol kedua di rekomendasikan.
- Standar deviasi dihitung dengan rumus :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (M_i - \bar{M})^2}{n - 1}}$$

- Jumlah minimum data yang di rekomendasikan adalah 10, dengan derajat bebas 9.
- Standar deviasi terukur s , biasanya merupakan nilai yang bagus untuk ketidakpastian baku, disebut rpitabilitas. Dalam hal dimana pembacaannya sama, dan timbangan mempunyai resolusi yang terbatas dan timbangan memberikan pembacaan yang sama pada beberapa kali pembacaan, maka nilai s ini bukan nilai yang baik (~ 0).
- Bila terjadi keadaan seperti diatas maka nilai s bisa digantikan dengan $0,82a$, dimana a adalah semirange dari resolusi timbangan dengan derajat bebas sebesar 1000.
- Karena timbangan tidak menimbang pada titik yang tetap, s bisa bervariasi sepanjang rentang timbangan, sehingga konsekuensinya adalah prosedur ini mencakup pengujian di titik setengah kapasitas dan kapasitas maksimum.
- Titik yang diambil setengah kapasitas dan maksimum kapasitas tidak lebih dari 20 %.

b. Koreksi Pembacaan Timbangan

- Meskipun timbangan telah di set untuk membaca secara benar pada titik tertentu (biasanya mendekati maksimum), tetapi masih perlu mempertimbangkan koreksi pembacaan, karena 2 alasan:
 1. Massa dari anak timbang standar mungkin berbeda secara signifikan terhadap nilai nominalnya.
 2. Pembacaan timbangan sebagai fungsi dari beban bisa tidak linier secara signifikan.
- Koreksi pembacaan timbangan harus ditetapkan pada minimum 10 titik.

| M | Nilai |
|------------|----------|
| 0 | Z1a |
| (1/10) max | R1a |
| (1/10) max | R1b |
| 0 | Z1b, Z2a |
| (2/10) max | R2a |
| (2/10) max | R2b |
| 0 | Z2b, Z3a |
| s/d | |

| M | Nilai |
|------------|-------|
| | |
| 0 | |
| (9/10) max | |
| (9/10) max | |
| 0 | |
| Max | |
| Max | |
| 0 | |

c. Pengaruh Pembebanan Tidak di Tengah/Pusat

- Ketika pusat massa suatu objek ditimbang tidak di pusat diatas pinggan, maka kesalahan off center dapat diukur. Ini sulit untuk mengoreksi secara tepat karena efek ini tidak selalu linier dengan posisi obyek.
- Uji ini di lakukan untuk pengguna agar dapat memutuskan seberapa akurat penempatan obyek di pinggan, agar efek ini bisa dihilangkan. Bila kesalahan pengukuran besar dibandingkan dengan spesifikasi pabrik , maka timbangan perlu diperbaiki.
- Kesalahan mudah diukur dengan menempatkan anak timbang di pusat pinggan, kemudian di depan, belakang, kiri dan kanan, catat pembacaan tiap posisi.
- Uji harus dilakukan dengan beban yang di rekomendasikan pabrikan, jika tidak diketahui maka gunakan beban 1/3 sampa 1/2 dari kapasitas maksimum.
- Penempatan beban yang lebih besar (1/3 ~ 1/2 kapasitas) akan membuat bahaya sambungan antara pinggan dan sensor, dan akan memberikan pembacaan yang lebih besar.
- Beban tunggal harus digunakan untuk uji ini. Sebagai contoh, timbangan dengan kapasitas 1200 g, harus diuji dengan beban sebesar 500 g, karena jika 200 g terlalu kecil.
- Ketika memindahkan beban ke depan, belakang, kiri dan kanan, angkat dan tempatkan diujung pinggan tanpa memiringkan/menyeret beban.

d. Histerisis/Bebas Kejut

Dalam sistem mekanik dapat dipastikan terdapat pengaruh gesekan pada saat mekanisme bekerja, yang menyebabkan adanya kemungkinan posisi suatu komponen setelah dioperasikan tidak dapat kembali secara tepat pada posisi awal. Pengamatan pengaruh yang disebut dengan histeresis ini perlu dilakukan pada saat timbangan pertama kali dikalibrasi atau setelah dilakukan perbaikan besar terhadap timbangan.

C. Prosedur Kalibrasi

a. Prasyarat dan Persiapan

Hal-hal yang perlu diperhatikan sebelum kalibrasi timbangan:

1. Timbangan dapat dengan mudah diidentifikasi,
 2. Semua fungsi timbangan beroperasi sebagaimana mestinya,
 3. Penunjukan nilai beban tidak ambigu dan penunjukan dapat dengan mudah dibaca,
 4. Kondisi penggunaan normal,
 5. Timbangan tidak dalam keadaan off, timbangan dikondisikan pada keadaan standby,
 6. Pengaturan level (kerataan) timbangan, jika dimungkinkan,
 7. Timbangan diberi pembebanan kira-kira hingga beban uji terbesar setidaknya satu kali (warm-up).
- Timbangan dapat disetel atau disesuaikan (adjustment) dengan menggunakan beban uji eksternal atau bawaan. Pada proses kalibrasi, pengguna timbangan harus diminta untuk memastikan bahwa timbangan digunakan seperti kondisi penggunaan normal. Sehingga, efek-efek yang mempengaruhi kinerja timbangan seperti aliran udara, getaran, atau kemiringan platform pengukuran, dapat dimasukkan dalam ketidakpastian pengukuran.

b. Pengamatan Kemampuan Ulang Pembacaan

1. Pembacaan Skala (setengah kapasitas)

1. Hidupkan timbangan elektronik.
2. Atur angka pada display timbangan menjadi nol dengan menekan tombol pengenal timbangan
3. Tempatkan beban anak timbangan standar $\frac{1}{2} \times$ kapasitas, pada piringan dan catat angka penunjukannya sebagai pembacaan 1 (r_1).
4. Angkat beban anak timbangan standar (r_1) dan baca titik nol kedua.
5. Tempatkan kembali anak timbangan standar pada piringan dan lakukan cara yang sama sampai diperoleh 10 kali pembacaan.

| N | "0" | $\frac{1}{2} \times$ Max |
|----|-----|--------------------------|
| 1. | | |
| 2. | | |
| .. | | |
| .. | | |
| .. | | |
| 10 | | |

2. Pembacaan skala kapasitas maksimum (dilakukan dengan cara yang sama)

| N | "0" | Max |
|----|-----|-----|
| 1. | | |
| 2. | | |
| .. | | |
| .. | | |
| .. | | |
| 10 | | |

Contoh data kemampuan ulang pembacaan

| | | 100 | gram |
|---------|-----------|---------|-----------------|
| Ulangan | Pembacaan | | Selisih |
| | Z | M | M-Z |
| 1 | 0,0000 | 99,9998 | 99,9998 |
| 2 | 0,0000 | 99,9999 | 99,9999 |
| 3 | 0,0000 | 99,9999 | 99,9999 |
| 4 | 0,0000 | 99,9998 | 99,9998 |
| 5 | 0,0000 | 99,9999 | 99,9999 |
| 6 | 0,0000 | 99,9998 | 99,9998 |
| 7 | 0,0000 | 99,9998 | 99,9998 |
| 8 | 0,0000 | 99,9999 | 99,9999 |
| 9 | 0,0000 | 99,9999 | 99,9999 |
| 10 | 0,0000 | 99,9999 | 99,9999 |
| | | SD= | 0,000052 |

c. Pengamatan Koreksi Pembacaan Timbangan

Pengamatan keseragaman skala dilakukan :

1. Atur angka pada display timbangan menjadi nol dengan menekan tombol pengenal timbangan catat pembacaan "tanpa beban", z_1 ,
2. Letakkan standar massa M (dengan massa nominal mendekati 1/5 nilai skala penuh) di pan, catat pembacaan r_1 ,
3. Angkat M dari pan, kemudian letakkan kembali di atas pan, catat pembacaan r_2
4. Angkat M dari pan, kemudian catat pembacaan "tanpa beban", z_2 ,
5. Hitung koreksi pembacaan skala dengan persamaan:

$$C_i = M_i - (r_i - z_i)$$

dengan M_i adalah massa konvensional dari standar massa yang digunakan.

6. Ulangi langkah 1 s/d 5 sehingga mencakup seluruh rentang pembacaan skala timbangan.

Contoh Data Keseragaman Skala

| Massa Pengkalibrasi (M) = 20 gram | | | | | | | |
|-----------------------------------|--------------|---------|-----------------|-----------|----------|---------------|----------------|
| Beban Timbangan | Beban (gram) | SD (mg) | Pembacaan Skala | Rata-Rata | Selisih | Standar Massa | Koreksi (gram) |
| 0 | | | 0,0000 | 0,0000 | 19,9988 | 19,9999 | 0,0010 |
| (1M) | 20 | 0,04 | 19,9988 | 19,9988 | | | |
| (1M) | | | 19,9989 | | | | |
| 0 | | | 0,0000 | 0,0000 | 39,9980 | 39,9998 | 0,0018 |
| (2M) | 40 | 0,01 | 39,9980 | 39,9980 | | | |
| (2M) | | | 39,9980 | | | | |
| 0 | | | 0,0000 | 0,0000 | 59,9976 | 60,0000 | 0,0024 |
| (3M) | 60 | 0,01 | 59,9976 | 59,9976 | | | |
| (3M) | | | 59,9976 | | | | |
| 0 | | | -0,0001 | -0,0001 | 79,9971 | 79,9999 | 0,0028 |
| (4M) | 80 | 0,01 | 79,9970 | 79,9970 | | | |
| (4M) | | | 79,9970 | | | | |
| 0 | | | -0,0001 | -0,0001 | 99,9967 | 99,9999 | 0,0032 |
| (5M) | 100 | 0,01 | 99,9966 | 99,9966 | | | |
| (5M) | | | 99,9966 | | | | |
| 0 | | | -0,0001 | -0,0005 | 119,9963 | 119,9998 | 0,0035 |
| (6M) | 120 | 0,07 | 119,9957 | 119,9958 | | | |
| (6M) | | | 119,9958 | | | | |
| 0 | | | -0,0009 | -0,0009 | 139,9969 | 139,9997 | 0,0028 |
| (7M) | 140 | 0,00 | 139,9960 | 139,9960 | | | |
| (7M) | | | 139,9960 | | | | |
| 0 | | | -0,0008 | -0,0009 | 159,9976 | 159,9999 | 0,0023 |
| (8M) | 160 | 0,14 | 159,9966 | 159,9967 | | | |
| (8M) | | | 159,9968 | | | | |
| 0 | | | -0,0010 | -0,0010 | 179,9982 | 179,9998 | 0,0016 |
| (9M) | 180 | 0,00 | 179,9972 | 179,9972 | | | |
| (9M) | | | 179,9972 | | | | |
| 0 | | | -0,0009 | -0,0010 | 199,9997 | 200,0004 | 0,0007 |
| (10M) | 200 | 0,07 | 199,9987 | 199,9988 | | | |
| (10M) | | | 199,9988 | | | | |
| 0 | | | -0,0010 | | | | |
| Koreksi Maksimum = | | | 0,0035 gram | | | | |

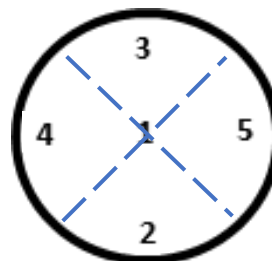
d. Pengamatan Pengaruh Pembebanan Tidak di Tengah/Pusat

Pengamatan Pembebanan Tidak di Tengah/Pusat dilakukan :

1. Letakkan standar massa M (dengan massa nominal setengah kapasitas maksimum) di pan dengan posisi : tengah, depan, belakang, kiri, dan kanan.
2. Hitung selisih maksimum dari penunjukkan standar massa M di posisi pan timbangan.

Selisih maksimum = penunjukkan maksimum – penunjukkan minimum

| Posisi | Penunjukan |
|--------|------------|
| 1 | Tengah |
| 2 | Depan |
| 3 | Belakang |
| 4 | Kiri |
| 5 | Kanan |



e. Pengamatan Histerisis/Bebas Kejut

Pengamatan histerisis dilakukan :

1. Nolkan timbangan, Z_1
2. Letakkan anak timbangan M_1 , mendekati setengah kapasitas skala timbangan diatas pinggan, p_1 .
3. Tambah beban anak timbangan sebesar M_2 sehingga mendekati skala/kapasitas maksimum.
4. Angkat anak timbangan tambahan M_2 , baca dan catat dimana anak timbangan M_1 masih diatas pinggan, q_1 .
5. Angkat semua anak timbangan dari pinggan, kemudian letakkan M_1 dan M_2 .
6. Angkat anak timbangan tambahan M_2 dan baca dan catat dimana anak timbangan M_1 masih diatas pinggan, q_2 .
7. Angkat semua anak timbang, letakkan anak timbang M_1 , catat pembacaan alat, p_2 .
8. Angkat semua anak timbang dari pinggan.
9. Ulangi langkah diatas 2 kali hingga mendapatkan nilai $p_3, q_3, q_4,$ dan p_4 .

| Pembebanan | Ulangan 1 | Ulangan 2 |
|----------------------|-----------|-----------|
| Zero (z_1) | | |
| M_1 (p_1, p_3) | | |
| $M_1 + M_2$ | | |
| M_1 (q_1, q_3) | | |
| Zero (z_2) | | |
| $M_1 + M_2$ | | |
| M_1 (q_2, q_4) | | |
| Zero (z_3) | | |
| M_1 (p_2, p_4) | | |

$$h = \frac{(p_1 + p_2 + p_3 + p_4) - (q_1 + q_2 + q_3 + q_4)}{4}$$

D. Tugas

Lakukan kalibrasi timbangan elektronik. Berdasarkan data hasil kalibrasi tersebut, hitunglah:

- a. Kemampuan ulang pembacaan
- b. Keseragaman skala
- c. Pengaruh penyimpanan pada pinggan
- d. Histerisis

E. Lembar Kerja Kalibrasi Timbangan

KALIBRASI TIMBANGAN

IDENTITAS ALAT

Nama :
Merek :
Tipe :
S/N :

Deskripsi

Kapasitas : gram
Resolusi : gram

IDENTITAS PEMILIK

Nama :
Alamat :

PELAKSANAAN KALIBRASI

Tempat : Petugas :
Tanggal :
Diterbitkan tanggal :
Tanggal masuk :

IDENTITAS STANDAR

Nama : Mettler Toledo Kelas E2
Kern S Kelas F1
Kern B Kelas F1
N.G Brown Kelas F1

| |
|--|
| |
| |
| |
| |

Mettler Toledo Kelas F1
Hafner Kelas F1
Hafner Kelas E2

| |
|--|
| |
| |
| |
| |

PARAMETER KALIBRASI

1. Kemampuan ulang pembacaan
2. Keseragaman skala
3. Pengaruh penyimpanan pada piringan
4. Histerisis

DATA HASIL KALIBRASI

TH yang dipakai :

| Kondisi Lingkungan | Awal | Tengah | Akhir | Satuan | Catatan Kondisi Alat dan Lingkungan |
|--------------------|------|--------|-------|--------|-------------------------------------|
| Suhu ruang | | | | °C | |
| Kelembaban | | | | %RH | |
| Tekanan udara | | | | mb | |

Pembacaan skala sebelum kalibrasi = gram

Pembacaan setelah kalibrasi = gram

1. Kemampuan ulang pembacaan

| No | Setengah kapasitas = gram | Kapasitas maksimum = gram |
|----|------------------------------|------------------------------|
| 1 | | |
| 2 | | |
| 3 | | |
| 4 | | |
| 5 | | |
| 6 | | |
| 7 | | |
| 8 | | |
| 9 | | |
| 10 | | |

2. Keseragaman Skala

Massa Pengkalibrasi = gram

| Beban Timbangan | Pembacaan Skala | Titik Kalibrasi |
|-----------------|-----------------|-----------------|
| Zero | | |
| M | | |
| M | | |
| Zero | | |
| 2M | | |
| 2M | | |
| Zero | | |
| 3M | | |
| 3M | | |
| Zero | | |
| 4M | | |
| 4M | | |
| Zero | | |
| 5M | | |
| 5M | | |
| Zero | | |
| 6M | | |
| 6M | | |
| Zero | | |
| 7M | | |
| 7M | | |
| Zero | | |
| 8M | | |
| 8M | | |
| Zero | | |
| 9M | | |
| 9M | | |
| Zero | | |
| 10M | | |
| 10M | | |
| Zero | | |
| | | |

3. Pengaruh penyimpanan pada pinggan

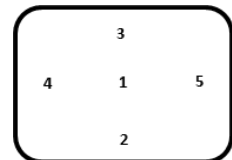
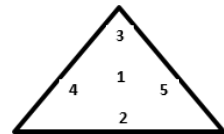
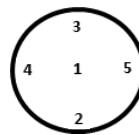
ukuran/diameter = mm

Massa diatas pinggan = gram

| Posisi | | |
|--------|--|--|
| 1 | | |
| 2 | | |
| 3 | | |
| 4 | | |
| 5 | | |

Posisi pada pinggan

(pilih gambar sesuai dengan bentuk pinggan)



| 4. Histerisis | | |
|------------------------|---------|---|
| Setengah kapasitas (M) | | |
| Beban Timbangan | Ulangan | |
| | 1 | 2 |
| M(p1,p3) | | |
| M1+M' | | |
| M(q1,q3) | | |
| Zero | | |
| M1+M' | | |
| M(q2,q4) | | |
| Zero | | |
| M(p2,p4) | | |

Di Kalibrasi Oleh :Di Periksa Oleh :(nama, paraf, tanggal) halaman 2 dari 2

Pustaka

- ASTM E 542 - 01 (2021), Standard Practice for Calibration of Laboratory Volumetric Apparatus
- David B Prowse, The Calibration of Balance, CSIRO – National Measurement Laboratory, Australia 1985, reprinted on 1995.
- EURAMET Calibration Guide No. 19 Version 3.0 (09/2018) Guidelines on the Determination of Uncertainty in Gravimetric Volume Calibration
- KAN Pd-02.08 revisi 0 (2019) Pedoman mengenai Kalibrasi Peralatan Volumetrik
- ISO 4787:2010, Laboratory glassware - volumetric instruments - methods for testing of capacity and for use.