

SNSU PK.M-05: 2023

Panduan Kalibrasi **PERALATAN VOLUMETRIK MENGUNAKAN METODE GRAVIMETRIK**

SNSU PK.M-05: 2023

**PANDUAN KALIBRASI PERALATAN VOLUMETRIK
MENGUNAKAN METODE GRAVIMETRIK**

Penyusun: 1. Heri Sutanto
2. Renanta Hayu Kresiani
3. Nurmalia Afiyani
4. Luthfiati Aprilia Sholihah
5. Feizar Mahendra

Kontributor: 1. Ahmad Atsari Sujud
2. Siti Nurhayati
3. Toto Sugiharto
4. M. Kurniawan
5. Fahmy Munawar Cholil
6. Bambang Laksono Putro
7. Arif Rahman Hakim
8. Ahmad Badrus Soleh
9. Bumi Hera Rihlatu
10. Ian Rizki Ramadhan
11. Fadhli Ihsan
12. Fanfan Budi Mulya

Desain sampul: Biro HKLI BSN

**Direktorat Standar Nasional Satuan Ukuran Mekanika, Radiasi dan Biologi
Badan Standardisasi Nasional**

Hak cipta © Badan Standardisasi Nasional, 2023

Lembar Pengesahan

Panduan kalibrasi peralatan volumetrik menggunakan metode gravimetrik SNSU PK.M-05:2022 diterbitkan oleh Badan Standardisasi Nasional sebagai upaya untuk mengharmoniskan pelaksanaan kalibrasi peralatan volumetrik di laboratorium kalibrasi maupun institusi lain yang berkepentingan dengan pengukuran yang perlu dijamin keabsahannya. Panduan ini mencakup definisi umum, langkahlangkah kalibrasi, serta evaluasi ketidakpastian pengukuran. Panduan ini disusun berdasarkan acuan metode internasional, nasional, maupun sumber ilmiah lainnya melalui proses pembahasan internal di Direktorat Standar Nasional Satuan Ukuran Mekanika, Radiasi, dan Biologi serta dengan mempertimbangkan masukan dari para ahli di bidang metrologi massa dan besaran turunannya.

Dokumen ini diterbitkan secara bebas dan tidak untuk diperjualbelikan secara komersial. Bagian dari dokumen ini dapat dikutip untuk keperluan edukasi atau kegiatan ilmiah dengan menyebutkan sumbernya, namun tidak untuk keperluan komersial.

Disahkan tanggal 14 Desember 2023

Deputi Bidang Standar Nasional Satuan Ukuran

Yustinus Kristianto Widiwardono

DAFTAR ISI

1.	Pendahuluan	1
2.	Ruang lingkup	1
3.	Acuan normatif.....	1
4.	Istilah dan definisi	2
5.	Prinsip kalibrasi dan ketertelusuran	2
6.	Volume dan Suhu Acuan.....	3
6.1.	<i>Satuan Volume</i>	3
6.2.	<i>Suhu Acuan</i>	3
7.	Peralatan dan cairan kalibrasi.....	3
7.1.	<i>Timbangan</i>	3
7.2.	<i>Peralatan Pengukuran</i>	4
7.3.	<i>Cairan Kalibrasi</i>	4
7.4.	<i>Sarung Tangan</i>	4
7.5.	<i>Bejana Timbang</i>	5
7.6.	<i>Botol Semprot</i>	5
7.7.	<i>Statif dan Klem</i>	6
7.8.	<i>Alat bantu kalibrasi pipet</i>	6
8.	Fasilitas dan Kondisi Lingkungan.....	7
9.	Tahapan Kalibrasi Peralatan Volumetrik	7
9.1.	<i>Pra-Kalibrasi</i>	7
9.2.	<i>Proses Kalibrasi</i>	8
9.3.	<i>Pasca-Kalibrasi</i>	15
10.	Analisis Data Kalibrasi.....	15
10.1.	<i>Volume pada suhu acuan</i>	15
10.2.	<i>Penimbangan massa air destilasi</i>	16
10.3.	<i>Densitas air destilasi</i>	16
10.4.	<i>Densitas udara</i>	17
11.	Evaluasi Ketidakpastian Pengukuran	17
12.	Pelaporan Hasil Kalibrasi	26
13.	Contoh Kalibrasi Peralatan Volumetrik	26
13.1.	<i>Unit under Test (UUT)</i>	26
13.2.	<i>Standar dan peralatan lainnya</i>	27

<i>13.3. Data Pengukuran</i>	27
<i>13.4. Analisis Hasil Kalibrasi</i>	28
<i>13.5. Evaluasi Ketidakpastian Hasil Kalibrasi</i>	29
<i>13.6. Pelaporan hasil kalibrasi</i>	35
LAMPIRAN A.....	36
LAMPIRAN B	41
LAMPIRAN C	45
BIBLIOGRAFI	47

1. Pendahuluan

- 1.1. Panduan ini disusun untuk mengharmoniskan pelaksanaan kalibrasi peralatan volumetrik menggunakan metode gravimetrik yang dilakukan oleh laboratorium kalibrasi yang menerapkan SNI ISO/IEC 17025: 2017 [1].
- 1.2. Metode yang diuraikan pada panduan ini mengacu pada dokumen ISO 4787: 2021 [2] dengan evaluasi ketidakpastian hasil kalibrasi mengacu pada dokumen JCGM 100: 2008 [3] dan berpedoman pada dokumen EURAMET cg-19: 2018 [4].

2. Ruang lingkup

- 2.1. Dokumen ini menjelaskan pedoman kalibrasi peralatan volumetrik yang terbuat dari kaca atau plastik menggunakan metode gravimetrik dengan kapasitas nominal di dalam rentang 0,1 ml sampai 10 000 ml.
- 2.2. Peralatan volumetrik yang dapat dikalibrasi menggunakan panduan ini yaitu pipet volume (ISO 648), pipet ukur (ISO 835), buret (ISO 385), labu ukur (ISO 1042 dan ISO 5215) dan gelas ukur (ISO 4788 dan ISO 6706).
- 2.3. Panduan ini tidak dimaksudkan untuk kalibrasi peralatan volumetrik dengan kapasitas nominal di bawah 0,1 ml seperti *micro-glassware* dan mikropipet, dan peralatan volumetrik lainnya selain yang disebutkan pada sub-judul 2.2.
- 2.4. Panduan ini tidak membahas kalibrasi piknometer secara khusus sesuai persyaratan ISO 3507. Namun, metode gravimetrik yang dijelaskan pada dokumen ini dapat digunakan untuk menentukan volume aktual piknometer.

3. Acuan normatif

Dokumen – dokumen berikut dirujuk sedemikian rupa sehingga sebagian atau seluruh isinya merupakan persyaratan dari panduan ini. Untuk dokumen acuan yang mencantumkan tahun, dokumen yang berlaku hanya edisi yang dikutip. Sedangkan untuk dokumen acuan yang tidak dicantumkan tahunnya, dokumen yang berlaku adalah edisi terbaru termasuk amandemen dari dokumen tersebut.

ISO 385, *Laboratory glassware — Burettes*

ISO 648, *Laboratory glassware — Single-volume pipettes*

ISO 835, *Laboratory glassware — Graduated pipettes*

ISO 1042, *Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks*

ISO 1773, *Laboratory glassware — Narrow-necked boiling flasks*
ISO 3507, *Laboratory glassware — Pyknometers*
ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*
ISO 4788, *Laboratory glassware — Graduated measuring cylinders*
ISO 4797, *Laboratory glassware — Boiling flasks with conical ground joints*
ISO 5215, *Laboratory plastic ware — Volumetric flasks*
ISO 6706, *Plastics laboratory ware — Graduated measuring cylinders*
ISO 24450, *Laboratory glassware — Wide-necked boiling flasks*
ISO/IEC Guide 99, *International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms* (VIM)

4. Istilah dan definisi

Untuk keperluan interpretasi dalam panduan ini, berlaku istilah dan definisi yang diberikan dalam dokumen acuan dan acuan normatif.

Dalam panduan ini, bentuk verbal berikut digunakan:

- “harus” menunjukkan persyaratan;
- “sebaiknya” menunjukkan rekomendasi;
- “dapat” menunjukkan kemungkinan atau kemampuan.

5. Prinsip kalibrasi dan ketertelusuran

Metode gravimetrik adalah metode kalibrasi primer dengan tingkat ketelitian yang tinggi untuk menentukan volume dari peralatan volumetrik. Pada metode ini volume ditentukan berdasarkan massa cairan standar (air destilasi) yang diisikan atau dialirkan dari peralatan volumetrik, dengan syarat cairan standar yang digunakan diketahui suhu dan densitasnya, serta mempertimbangkan pengaruh dari gaya apung udara (*air buoyancy*).

Ketertelusuran kalibrasi peralatan volumetrik diperoleh dari penimbangan massa air destilasi menggunakan timbangan yang terkalibrasi dan penentuan nilai densitasnya menggunakan peralatan yang terkalibrasi.

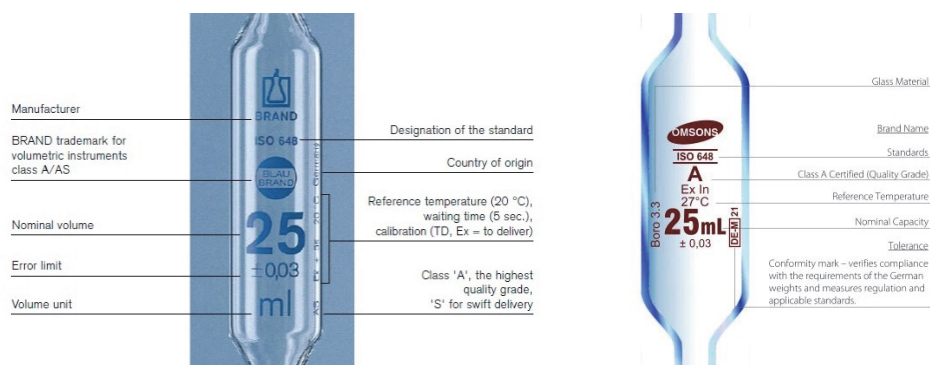
6. Volume dan Suhu Acuan

6.1. Satuan Volume

Satuan volume pada peralatan volumetrik harus dituliskan dalam mililiter (ml) yang setara dengan sentimeter kubik (cm³).

6.2. Suhu Acuan

Suhu acuan adalah suatu nilai suhu dimana peralatan volumetrik dimaksudkan untuk menampung atau mengalirkan volume sesuai dengan kapasitasnya. Pada umumnya suhu acuan dari peralatan volumetrik bernilai 20 °C atau 27 °C.



Gambar 1. Peralatan volumetrik dengan suhu acuan 20 °C (kiri) dan 27 °C (kanan)

(Sumber Gambar : Brand [5] & <https://smartlabs.co.za/>)

7. Peralatan dan cairan kalibrasi

Beberapa persyaratan peralatan dan cairan kalibrasi harus dipenuhi agar tidak berpengaruh buruk terhadap hasil pengukuran dan sesuai dengan tujuan kalibrasi.

7.1. Timbangan

Timbangan yang digunakan harus dipilih sesuai dengan persyaratan minimum yang ditentukan dalam Tabel 1, bergantung pada volume dari peralatan volumetrik yang akan dikalibrasi.

Tabel 1. Persyaratan minimum timbangan

Kapasitas nominal (Volume) V	Resolusi timbangan mg	Daya ulang timbangan mg	Ketidakpastian $U (k=2)$ mg
$0,1 \text{ ml} \leq V \leq 10 \text{ ml}$	0,1	0,2	0,4
$10 \text{ ml} \leq V \leq 1000 \text{ ml}$	1	2	4
$V > 1000 \text{ ml}$	10	10	40

7.2. Peralatan Pengukuran

Beberapa peralatan pengukuran dibutuhkan pada kalibrasi peralatan volumetrik, seperti termometer cairan dan sensor kondisi lingkungan. Persyaratan minimum untuk masing-masing peralatan pengukuran ditentukan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Persyaratan minimum peralatan pengukuran pada kalibrasi peralatan volumetrik

Peralatan pengukuran	Resolusi	Ketidakpastian $U (k=2)$
Termometer cairan	0,1 °C	0,2 °C
Termometer lingkungan	0,1 °C	0,2 °C
Higrometer	1 %RH	5 %RH
Barometer	0,1 kPa	1 kPa
Stopwatch	1 s	Tidak ditentukan

7.3. Cairan Kalibrasi

Cairan kalibrasi adalah cairan standar yang digunakan sebagai ketertelusuran pada kalibrasi peralatan volumetrik menggunakan metode gravimetrik. Cairan tersebut merupakan cairan yang telah diketahui nilai densitasnya, seperti air destilasi atau air deionisasi dengan spesifikasi *grade 3* atau lebih baik menurut ISO 3696 [6], dimana nilai densitasnya ditentukan berdasarkan suhu dari cairan tersebut.

7.4. Sarung Tangan

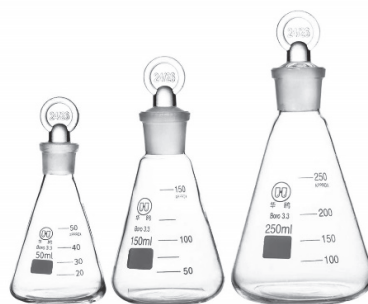
Sarung tangan digunakan untuk meminimalkan pengaruh suhu tangan pada peralatan volumetrik saat kalibrasi. Sarung tangan yang direkomendasikan yaitu sarung tangan *nitrile powder free*, seperti Gambar 2.



Gambar 2. Sarung tangan *nitrile powder free*

7.5. Bejana Timbang

Bejana timbang adalah suatu wadah yang digunakan untuk menampung cairan kalibrasi (air destilasi) yang dialirkan dari peralatan volumetrik dan kemudian ditimbang. Bejana timbang harus berbentuk seperti kerucut, terbuat dari kaca dan sebaiknya memiliki tutup (*ground joint*) yang sesuai dengan ISO 1773, ISO 4797 atau ISO 24450. Selain itu, bejana timbang sebaiknya memiliki kapasitas yang memadai sesuai dengan volume air destilasi yang dialirkan dari peralatan volumetrik. Bejana timbang yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Bejana timbang pada kalibrasi peralatan volumetrik

7.6. Botol Semprot

Botol semprot digunakan untuk mengisikan air destilasi ke peralatan volumetrik, sehingga dinding peralatan volumetrik di atas garis skala tidak basah terkena air destilasi. Bentuk botol semprot dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Botol semprot untuk mengisi air destilasi ke dalam peralatan volumetrik

7.7. Statif dan Klem

Statif dan klem seperti pada Gambar 5, merupakan alat bantu yang digunakan pada kalibrasi peralatan volumetrik. Alat bantu ini biasanya digunakan ketika mengkalibrasi buret dan dapat digunakan juga pada kalibrasi pipet volume atau pipet ukur. Alat tersebut berfungsi sebagai pemegang dan penyangga peralatan volumetrik, sehingga berada pada posisi vertikal.



Gambar 5. Statif dan Klem

7.8. Alat bantu kalibrasi pipet

Alat bantu kalibrasi pipet adalah peralatan yang berfungsi untuk menghisap dan mendorong air destilasi ke dalam dan keluar dari pipet ukur atau pipet volume (pipet). Alat bantu ini harus digunakan ketika mengkalibrasi pipet. Alat bantu tersebut terdiri dari sistem elektrik dan manual. Sistem elektrik dan manual dari alat bantu pipet ditunjukkan pada Gambar 6 dan 7.



Gambar 6. Alat bantu pipet sistem elektrik



(a)



(b)

Gambar 7. Alat bantu pipet sistem manual (a) dan (b)

8. Fasilitas dan Kondisi Lingkungan

Beberapa persyaratan fasilitas dan kondisi lingkungan harus dipenuhi agar tidak berpengaruh buruk terhadap hasil kalibrasi. Beberapa persyaratan dapat ditentukan dari dokumen acuan atau prosedur laboratorium. Penggunaan timbangan, meja timbang dan arah aliran udara di ruang kalibrasi sebaiknya mempertimbangkan persyaratan dari dokumen acuan.

Kalibrasi peralatan volumetrik harus dilakukan di ruang kalibrasi dengan kondisi lingkungan yang stabil. Ruang tersebut harus memiliki kelembapan relatif di antara rentang 40 %RH ~ 60 %RH dan suhu $(20 \pm 3) ^\circ\text{C}$ atau $(27 \pm 3) ^\circ\text{C}$ dengan variasi maksimum $\pm 1 ^\circ\text{C}$ selama kalibrasi.

9. Tahapan Kalibrasi Peralatan Volumetrik

9.1. Pra-Kalibrasi

Tahap pra-kalibrasi merupakan tahap awal dari kalibrasi peralatan volumetrik. Tujuan dari tahapan ini yaitu untuk memastikan peralatan volumetrik, timbangan dan peralatan kalibrasi lainnya siap digunakan dan telah mencapai kestabilan termal. Kegiatan yang dilakukan pada tahapan ini diantaranya:

1. Pembersihan peralatan volumetrik

Pembersihan dilakukan pada permukaan peralatan volumetrik terutama di permukaan bagian dalam. Proses pembersihan sebaiknya dilakukan sebelum

dan setelah peralatan volumetrik digunakan. Pada kondisi normal peralatan volumetrik dapat dibersihkan menggunakan alkohol dan air destilasi. Kebersihan permukaan dalam dari peralatan volumetrik harus dipastikan agar diperoleh pembasahan yang seragam dan bentuk meniskus yang baik.

2. Pengondisian

Sebelum masuk ke tahap pengambilan data kalibrasi, pengondisian harus dilakukan agar peralatan volumetrik, timbangan, air destilasi, sensor kondisi lingkungan dan peralatan lainnya siap digunakan dan telah mencapai kesetimbangan termal. Peralatan-peralatan tersebut harus didiamkan di ruang kalibrasi minimal selama 2 jam dengan variasi suhu selama Pengondisian tidak lebih dari ± 1 °C per jam.

3. Persiapan timbangan

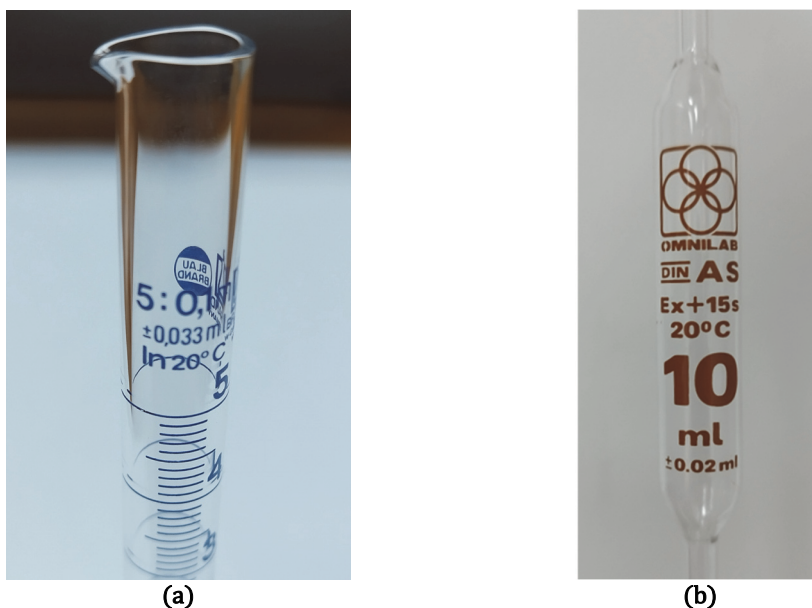
Persiapan timbangan dilakukan terhadap timbangan yang akan digunakan, sehingga timbangan dapat menunjukkan nilai yang tepat dan konsisten. Tahapan persiapan timbangan dapat dilakukan dengan mengikuti langkah-langkah berikut:

1. Hidupkan timbangan dan diamkan minimal selama 1 jam ketika timbangan dalam keadaan *standby* (terkoneksi dengan aliran listrik) atau minimal selama 2 jam ketika timbangan tidak terkoneksi dengan aliran listrik atau sesuai dengan manual timbangan,
2. Lakukan penimbangan pada beban maksimumnya, ulangi sebanyak 3 sampai 5 kali, sampai diperoleh penunjukkan yang konsisten,
3. Lakukan *adjustment* (“*cal-in*” atau “*cal-ex*”) pada timbangan sesuai dengan manual timbangan.

9.2. Proses Kalibrasi

Proses kalibrasi peralatan volumetrik dapat dilakukan setelah tahap pengondisian terpenuhi dan dilakukan pemanasan. Peralatan volumetrik dapat dikalibrasi dengan dua metode, yaitu *to contain* dan *to deliver*. Metode penampung (*to contain*) digunakan untuk peralatan volumetrik dengan tipe dan penanda atau

marking "In" dan metode mengalirkan air destilasi (*to deliver*) digunakan untuk peralatan volumetrik dengan tipe dan *marking "Ex"*, seperti pada Gambar 8.



Gambar 8. Tipe dan *marking "In"* (a) atau *"Ex"* (b) pada peralatan volumetrik.

Proses kalibrasi peralatan volumetrik *to contain* dan *to deliver* dilakukan sesuai dengan langkah – langkah berikut:

Peralatan volumetrik dikalibrasi *to contain*

1. Siapkan lembar kerja (*worksheet*) kalibrasi peralatan volumetrik
2. Catat identitas peralatan volumetrik, timbangan dan peralatan kalibrasi lainnya yang akan digunakan
3. Catat kondisi lingkungan ruang kalibrasi
4. Timbang peralatan volumetrik dalam keadaan kosong, lakukan minimal sebanyak 5 kali
5. Lakukan proses pengisian air destilasi pada nominal yang akan dikalibrasi (dijelaskan pada poin 9.2.1)
6. Timbang peralatan volumetrik yang telah berisi air destilasi
7. Catat suhu air destilasi
8. Ulangi langkah 5 sampai 7, minimal sebanyak 4 kali, sehingga diperoleh minimal 5 data pengukuran
9. Catat kondisi lingkungan ruang kalibrasi

Peralatan volumetrik dikalibrasi *to deliver*

1. Siapkan *worksheet* kalibrasi peralatan volumetrik
2. Catat identitas alat dan standar yang akan digunakan
3. Catat kondisi lingkungan ruang kalibrasi
4. Lakukan proses pengisian air destilasi pada nominal yang akan dikalibrasi (dijelaskan pada poin 9.2.1)
5. Timbang bejana timbang (keadaan kosong) sesaat sebelum air destilasi dialirkan
6. Alirkan air destilasi ke bejana timbang (dijelaskan pada poin 9.2.1)
7. Timbang bejana timbang yang telah berisi air destilasi
8. Catat suhu air destilasi
9. Ulangi langkah 4 sampai 7, minimal sebanyak 4 kali, sehingga diperoleh minimal 5 data pengukuran
10. Catat kondisi lingkungan ruang kalibrasi

9.2.1. Pengisian, pengamatan meniskus dan pengaliran air destilasi

Pengisian dan pengamatan meniskus dilakukan ketika peralatan volumetrik dikalibrasi *to contain* dan *to deliver*, sedangkan pengaliran air destilasi hanya dilakukan ketika peralatan volumetrik dikalibrasi *to deliver*. Langkah-langkah pengisian, pengamatan meniskus dan pengaliran air destilasi pada masing-masing peralatan dijelaskan sebagai berikut:

1. Labu ukur (*to contain*)
 - a. Isi labu ukur dengan air destilasi sampai beberapa milimeter di atas garis nominal menggunakan botol semprot atau *plastic tube* (selang plastik) dan pastikan dinding di luar garis nominal tetap kering
 - b. Pastikan meniskus air destilasi telah terbentuk dengan sempurna, jika diperlukan goyangkan labu ukur secara perlahan untuk mendapatkan bentuk meniskus kembali
 - c. Pastikan posisi labu ukur berada pada posisi vertikal dan mata harus sejajar dengan garis nominal

- d. Atur posisi meniskus sampai tepat berada pada garis nominal dengan cara mengambil air destilasi dari dalam labu ukur dan pastikan dinding di luar garis nominal tetap kering
 - e. Jika posisi meniskus lebih rendah dari garis nominal, maka pengisian harus diulang mulai dari langkah a
 - f. Setelah posisi meniskus tepat berada di garis nominal, segera lakukan penimbangan labu ukur yang telah berisi air destilasi
2. Gelas ukur (*to contain*)
- a. Isi gelas ukur dengan air destilasi sampai beberapa milimeter di atas garis skala yang akan dikalibrasi menggunakan botol semprot atau *plastic tube* (selang plastik) dan pastikan dinding di luar garis skala tersebut tetap kering
 - b. Pastikan meniskus air destilasi telah terbentuk dengan sempurna, jika diperlukan goyangkan gelas ukur secara perlahan untuk mendapatkan bentuk meniskus kembali
 - c. Pastikan posisi gelas ukur berada pada posisi vertikal dan mata harus sejajar dengan garis skala yang akan dikalibrasi
 - d. Atur posisi meniskus sampai tepat berada pada garis skala yang akan dikalibrasi dengan cara mengambil air destilasi dari dalam gelas ukur dan pastikan dinding di luar garis skala tersebut tetap kering
 - e. Jika posisi meniskus lebih rendah dari garis skala yang akan dikalibrasi, maka pengisian harus diulang mulai dari langkah a
 - f. Setelah posisi meniskus tepat berada di garis skala yang akan dikalibrasi, segera lakukan penimbangan gelas ukur yang telah berisi air destilasi
3. Pipet ukur dan pipet volume
- Langkah pengisian, pengamatan meniskus dan pengaliran air destilasi pada pipet ukur (*graduated pipettes*) dan pipet volume (*single-volume pipettes*) dapat digolongkan ke dalam 2 jenis yaitu *partial delivery* dan *total delivery*. Perbedaan dari kedua jenis tersebut yaitu pada cara

pengaliran air destilasi ke bejana timbang. Pada pipet *partial delivery* hanya sebagian air destilasi yang dialirkan ke bejana timbang, sedangkan pipet *total delivery* keseluruhan air destilasi di dalam pipet dialirkan ke bejana timbang. Langkah-langkah pengisian, pengamatan meniskus dan pengaliran air destilasi untuk *partial delivery* dan *total delivery*, sebagai berikut:

Partial delivery

- a. Pasangkan alat bantu kalibrasi pipet dan pastikan pipet berada pada posisi vertikal
- b. Isi pipet dengan air destilasi yang dihisap melalui *jet* sampai beberapa milimeter di atas garis nol atau garis nominal (garis batas atas) menggunakan alat bantu kalibrasi pipet
- c. Bersihkan air destilasi yang menempel pada permukaan luar *jet*
- d. Pastikan posisi mata telah sejajar dengan garis batas atas saat pengamatan meniskus
- e. Atur meniskus sampai tepat berada pada garis batas atas, pengaturan meniskus dilakukan dengan mengeluarkan air destilasi melalui *jet*. Saat pengaturan meniskus, tempatkan bejana pada ujung *jet* dengan kemiringan sekitar 30°
- f. Tarik bejana ke arah bawah pada kemiringan sekitar 30° sejauh ± 10 mm untuk mengeluarkan air destilasi pada ujung *jet*, kemudian bersihkan sisa air destilasi pada bagian luar *jet*
- g. Alirkan air destilasi ke bejana timbang sampai posisi meniskus beberapa milimeter di atas garis nominal (garis batas bawah) sesuai dengan waktu pengaliran (*delivery time*) pada Lampiran A. Saat pengaliran, bejana timbang ditempatkan pada ujung *jet* dengan kemiringan sekitar 30°
- h. Terapkan waktu tunggu (*waiting time*) pada Lampiran A
- i. Atur posisi meniskus sampai tepat berada pada garis batas bawah, pengaturan meniskus dilakukan dengan mengeluarkan air destilasi melalui *jet*

- j. Setelah posisi meniskus tepat pada garis batas bawah, tarik bejana timbang ke arah bawah pada kemiringan sekitar 30° sejauh ± 10 mm untuk mengeluarkan air destilasi pada ujung *jet*
- k. Jika pengaturan posisi meniskus lebih rendah dari garis batas atas atau garis batas bawah, maka proses pengisian harus diulang dari langkah b

Total delivery

- a. Pasangkan alat bantu kalibrasi pipet dan pastikan pipet ukur berada pada posisi vertikal
- b. Isi pipet dengan air destilasi yang dihisap melalui *jet* sampai beberapa milimeter di atas garis nominal (garis batas atas) menggunakan alat bantu kalibrasi pipet
- c. Bersihkan air destilasi yang menempel pada permukaan luar *jet*
- d. Pastikan posisi mata telah sejajar dengan garis batas atas saat pengamatan meniskus
- e. Atur meniskus sampai tepat berada pada garis batas atas, pengaturan meniskus dilakukan dengan mengeluarkan air destilasi melalui *jet*. Saat pengaturan meniskus, tempatkan bejana pada ujung *jet* dengan kemiringan sekitar 30°
- f. Tarik bejana ke arah bawah pada kemiringan sekitar 30° sejauh ± 10 mm untuk mengeluarkan air destilasi pada ujung *jet*, kemudian bersihkan sisa air destilasi pada bagian luar *jet*
- l. Alirkan seluruh air destilasi ke bejana timbang sesuai dengan waktu pengaliran (*delivery time*) pada Lampiran A. Saat pengaliran, bejana timbang ditempatkan pada ujung *jet* dengan kemiringan sekitar 30°
- g. Tarik bejana timbang ke arah bawah pada kemiringan sekitar 30° sejauh ± 10 mm untuk mengeluarkan air destilasi pada ujung *jet*
- h. Jika pengaturan posisi meniskus lebih rendah dari garis batas atas, maka proses pengisian harus diulang dari langkah b

4. Buret

- a. Pasang buret pada statif dan klem, pastikan buret berada pada posisi vertikal
- b. Isi buret dengan air destilasi sampai beberapa milimeter di atas garis nol menggunakan botol semprot atau *plastic tube* (selang plastik) dan pastikan tidak ada gelembung udara di dalam buret termasuk pada *stopcock* dan *jet*
- c. Bersihkan air destilasi yang menempel pada permukaan luar *jet*
- d. Pastikan posisi mata telah sejajar dengan garis nol saat pengamatan meniskus
- e. Atur meniskus sampai tepat berada pada garis nol, pengaturan dilakukan dengan cara sedikit memutar *stopcock*. Saat pengaturan meniskus, tempatkan bejana pada ujung *jet* dengan kemiringan sekitar 30°
- f. Tarik bejana ke arah bawah pada kemiringan sekitar 30° sejauh ± 10 mm untuk mengeluarkan air destilasi pada ujung *jet*, kemudian bersihkan sisa air destilasi pada bagian luar *jet*
- g. Alirkan air destilasi ke bejana timbang sampai posisi meniskus beberapa milimeter di atas garis nominal (garis batas bawah) dengan cara membuka *stopcock* secara penuh atau untuk beberapa buret sesuai dengan waktu pengaliran (*delivery time*) pada Lampiran A, bejana timbang ditempatkan pada kemiringan sekitar 30° dan tidak menyentuh *jet*
- h. Terapkan waktu tunggu (*waiting time*) pada Lampiran A.
- i. Atur posisi meniskus sampai tepat berada pada garis batas bawah, pengaturan meniskus dilakukan dengan cara sedikit memutar *stopcock*, bejana timbang ditempatkan pada ujung *jet* dengan kemiringan sekitar 30°
- j. Setelah posisi meniskus tepat pada garis batas bawah, tarik bejana timbang ke arah bawah pada kemiringan sekitar 30° sejauh ± 10 mm untuk mengeluarkan air destilasi pada ujung *jet*

- k. Jika pengaturan posisi meniskus lebih rendah dari garis batas atas atau garis batas bawah, maka proses pengisian harus diulang dari langkah b

9.3. Pasca-Kalibrasi

Setelah kalibrasi peralatan volumetrik selesai dilakukan, maka langkah selanjutnya yaitu pembersihan peralatan volumetrik dimana prosesnya sama seperti dijelaskan pada pra-kalibrasi (9.1). Keringkan atau tunggu sampai peralatan volumetrik kering dan simpan kembali ketempat semula serta pastikan seluruh peralatan dalam keadaan baik.

10. Analisis Data Kalibrasi

Analisis data kalibrasi dilakukan untuk mendapatkan nilai volume pada suhu acuan dari peralatan volumetrik yang dikalibrasi.

10.1. Volume pada suhu acuan

Volume pada suhu acuan 20 °C dari peralatan volumetrik yang dikalibrasi dapat dihitung menggunakan Persamaan (1).

$$V_{20} = (I_L - I_E) \times \frac{1}{(\rho_W - \rho_A)} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 - \gamma(t - 20)] \quad (1)$$

dengan,

V_{20} = Volume pada suhu acuan 20 °C (ml);

I_L = Hasil penimbangan bejana timbang berisi air destilasi (g);

I_E = Hasil penimbangan bejana timbang kosong (g);

ρ_W = Densitas air destilasi (g/ml) pada suhu t (°C), dihitung menggunakan Persamaan "Tanaka";

ρ_A = Densitas udara (g/ml), dihitung berdasarkan Persamaan CIPM-2007;

ρ_B = Densitas anak timbangan acuan (g/ml) yang digunakan untuk mengkalibrasi timbangan;

γ = Koefisien muai termal material peralatan volumetrik (°C⁻¹);

t = Suhu dari peralatan volumetrik yang dikalibrasi yang diasumsikan sama dengan nilai suhu air destilasi (°C);

Jika suhu acuan peralatan volumetrik berada pada suhu 27 °C (menurut ISO 384), maka nilai tersebut harus menggantikan angka 20 °C pada Persamaan (1).

10.2. Penimbangan massa air destilasi

Penimbangan massa air destilasi dilakukan menggunakan timbangan yang sesuai dengan persyaratan pada Tabel 1. Massa air destilasi diperoleh dari hasil penimbangan peralatan volumetrik atau bejana timbang yang berisi air destilasi (I_L) dikurangi dengan hasil penimbangan kosong dari peralatan volumetrik atau bejana timbang (I_E). Skema penimbangan (I_L) dan (I_E) dapat dilakukan dengan metode penimbangan substitusi (*single-weighing/ substitution*).

10.3. Densitas air destilasi

Densitas air destilasi dapat ditentukan berdasarkan Persamaan Tanaka [7] selama persyaratan air destilasi pada subbab 7.3 terpenuhi. Nilai densitas dihitung menggunakan Persamaan (2).

$$\rho_W = a_5 \left[1 - \frac{(t+a_1)^2(t+a_2)}{a_3(t+a_4)} \right] \quad (2)$$

dengan,

$$t = \text{Suhu air destilasi (}^\circ\text{C)};$$

$$a_1 = -3,983\ 035\ (^\circ\text{C)};$$

$$a_2 = 301,797\ (^\circ\text{C)};$$

$$a_3 = 522\ 528,9\ (^\circ\text{C}^2);$$

$$a_4 = 69,348\ 81\ (^\circ\text{C)};$$

$$a_5 = 0,999\ 974\ 950\ (\text{g/ml});$$

Nilai densitas air destilasi yang diperoleh dari Persamaan (2) merupakan nilai densitas air destilasi pada kondisi tanpa udara (*air-free*). Koreksi densitas air destilasi akibat kandungan udara pada suhu 0 °C sampai 25 °C dapat dilakukan menggunakan Persamaan (3).

$$\Delta\rho = s_0 + s_1 t \quad (3)$$

dengan,

$$t = \text{Suhu air destilasi (}^\circ\text{C)};$$

$$s_0 = -4,612\ (10^{-6}\ \text{g/ml});$$

$$s_1 = 0,106\ (10^{-6}\ \text{g ml}^{-1}\ ^\circ\text{C}^{-1});$$

10.4. Densitas udara

Densitas udara dapat ditentukan menggunakan Persamaan CIPM-2007 yang disederhanakan [4]. Persamaan (4) dapat digunakan hanya pada kondisi tekanan udara 600 hPa sampai 1100 hPa, suhu udara 15 °C sampai 27 °C dan kelembapan relatif antara 20 %RH sampai 80 %RH.

$$\rho_A = \frac{0,348\ 48\ (p) - 0,009\ (h_r)\ \exp(0,061\ (t))}{t + 273,15} \quad (4)$$

dengan,

- t = Suhu lingkungan ruang kalibrasi (°C);
- p = tekanan udara (hPa);
- h_r = kelembapan relatif (%RH);

dalam penentuan nilai densitas udara, udara yang dimaksud yaitu udara yang berada di dalam peralatan volumetrik. Oleh karena itu, sensor suhu, kelembapan relatif dan tekanan udara sebaiknya ditempatkan sedekat mungkin dengan peralatan volumetrik yang dikalibrasi.

11. Evaluasi Ketidakpastian Pengukuran

Nilai volume pada suhu acuan hasil kalibrasi akan lengkap hanya jika disertai dengan nilai ketidakpastiannya. Ketidakpastian hasil kalibrasi peralatan volumetrik dapat dievaluasi menggunakan Persamaan (5).

$$\mathbf{u}^2(V_{20}) = \left[\left(\frac{\partial V_{20}}{\partial m} \cdot \mathbf{u}_m \right)^2 + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial t} \cdot \mathbf{u}_t \right)^2 + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_w} \cdot \mathbf{u}_{\rho_w} \right)^2 + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_A} \cdot \mathbf{u}_{\rho_A} \right)^2 + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_B} \cdot \mathbf{u}_{\rho_B} \right)^2 + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \gamma} \cdot \mathbf{u}_\gamma \right)^2 + \mathbf{u}_{\delta V_{men}}^2 + \mathbf{u}_{\delta V_{rep}}^2 \right] \quad (5)$$

dengan,

- \mathbf{u}_m = ketidakpastian penimbangan air destilasi
- \mathbf{u}_t = ketidakpastian pengukuran suhu peralatan volumetrik dan air destilasi
- \mathbf{u}_{ρ_w} = ketidakpastian dari penentuan nilai densitas air destilasi
- \mathbf{u}_{ρ_A} = ketidakpastian dari penentuan nilai densitas udara
- \mathbf{u}_{ρ_B} = ketidakpastian dari penentuan nilai densitas anak timbangan acuan
- \mathbf{u}_γ = ketidakpastian dari penentuan nilai koefisien muai termal

$u_{\delta V_{men}}$ = ketidakpastian pengaturan posisi meniskus air destilasi

$u_{\delta V_{rep}}$ = ketidakpastian dari pengukuran berulang

Sumber-sumber ketidakpastian pengukuran

Sumber ketidakpastian pengukuran dievaluasi berdasarkan Persamaan (5) dan dapat disesuaikan dengan kondisi laboratorium. Masing-masing sumber ketidakpastian dapat dianalisis sebagai berikut:

1. Ketidakpastian penimbangan massa air destilasi (u_m)

Ketidakpastian baku dari penimbangan massa air destilasi dianalisis berdasarkan hasil penimbangan peralatan volumetrik atau bejana timbang yang berisi air destilasi pada nominal volume tertentu dan hasil penimbangan peralatan volumetrik atau bejana timbang dalam keadaan kosong. Nilai ketidakpastian dapat dihitung menggunakan Persamaan (6).

$$u_m = [u^2(I_L) + u^2(I_E) + u^2(\delta m)]^{1/2} \quad (6)$$

dengan,

$u(I_L)$ = Ketidakpastian hasil penimbangan bejana timbang berisi air destilasi

$u(I_E)$ = Ketidakpastian hasil penimbangan bejana timbang kosong

$u(\delta m)$ = Ketidakpastian akibat ketidakstabilan penimbangan

2. Ketidakpastian pengukuran suhu peralatan volumetrik dan air destilasi (u_t)

Ketidakpastian baku dianalisis berdasarkan ketidakpastian hasil pengukuran suhu air destilasi dan ketidakpastian akibat adanya perbedaan antara air destilasi dan suhu lingkungan ruang kalibrasi. Nilai ketidakpastian dapat dihitung menggunakan Persamaan (7).

$$u_t = [u^2(t_W) + u^2(\delta t_S)]^{1/2} \quad (7)$$

dan

$$u(t_W) = \left[\left(\frac{U(ther)}{k} \right)^2 + u^2(t_{res}) + u^2(\delta t) + u^2(\delta t_W) \right]^{1/2} \quad (8)$$

dengan,

$u(t_w)$ = Ketidakpastian pengukuran air destilasi

$U(ther)$ = Ketidakpastian bentangan hasil kalibrasi sensor suhu air destilasi

$u(t_{res})$ = Ketidakpastian resolusi sensor suhu air destilasi

$u(\delta t)$ = Ketidakpastian akibat ketidakstabilan sensor suhu air destilasi

$u(\delta t_w)$ = Ketidakpastian pengukuran berulang suhu air destilasi

$u(\delta t_s)$ = Ketidakpastian akibat perbedaan suhu air destilasi dan suhu peralatan volume selama kalibrasi

Kontribusi ketidakpastian akibat perbedaan suhu air destilasi dan suhu lingkungan ruang kalibrasi harus dievaluasi dengan mempertimbangkan bahwa suhu peralatan volumetrik lebih mendekati suhu air destilasi. Pendekatan konservatif dapat dilakukan dengan mempertimbangkan bahwa $u(\delta t_s) = \frac{|t_{A0} - t_w|}{2\sqrt{3}}$, dengan t_{A0} adalah suhu lingkungan dan t_w adalah suhu air destilasi.

3. Ketidakpastian dari penentuan nilai densitas air destilasi (u_{ρ_w})

Ketidakpastian baku densitas air destilasi dievaluasi berdasarkan penggunaan Persamaan Tanaka dan jenis air destilasi yang digunakan (kemurnian air destilasi, kandungan udara, dan sebagainya).

Ketidakpastian baku dari Persamaan Tanaka bernilai $u(\rho_{w,form}) = 4,5 \times 10^{-7}$ g/ml. Ketidakpastian ini merupakan nilai ketidakpastian dari Persamaannya saja. Oleh karena itu, harus ditambahkan dengan nilai ketidakpastian dari kemurnian air destilasi yang digunakan $u(\delta\rho_w)$ dan variasi nilai densitas air destilasi akibat variasi suhu air destilasi selama kalibrasi $u(\rho_{w,t})$. Ketidakpastian baku dari penentuan nilai densitas air destilasi dapat dihitung menggunakan Persamaan (9).

$$u(\rho_w(t_w)) = [u^2(\rho_{w,form}) + u^2(\rho_{w,t}) + u^2(\delta\rho_w)]^{1/2} \quad (9)$$

dimana,

$$u(\rho_{w,t}) = u(t_w) \times \beta \times \rho_w(t_w) \quad (10)$$

koefisien muai termal air destilasi dapat diestimasi menggunakan Persamaan (11).

$$\beta = (-0,1176 \times t^2 + 15,846 \times t - 62,677) \times 10^{-6} \text{ (}^\circ\text{C}^{-1}) \quad (11)$$

Ketidakpastian baku terkait kemurnian air destilasi $u(\delta\rho_w)$ dapat bervariasi dari:

- beberapa ppm, untuk air destilasi yang sangat murni dengan komposisi isotop yang diketahui dan terkendali, atau diukur menggunakan alat ukur densitas dengan resolusi tinggi
- 10 ppm, untuk air destilasi atau air de-ionisasi, dengan nilai konduktivitas lebih kecil dari 5 $\mu\text{S}/\text{cm}$
- 20 ppm, untuk air destilasi atau air de-ionisasi dengan kualitas lebih rendah dari penyedia yang bereputasi

4. Ketidakpastian dari penentuan nilai densitas udara (u_{ρ_A})

Ketidakpastian baku dari penentuan nilai densitas udara dianalisis berdasarkan Persamaan CIPM-2007. Untuk Persamaan CIPM-2007 yang disederhanakan, ketidakpastian baku relatif dari Persamaan tersebut sebesar $u_{form} = 2,4 \times 10^{-4}$. Selain ketidakpastian baku relatif dari Persamaan, ketidakpastian baku densitas udara ditentukan berdasarkan estimasi ketidakpastian suhu, kelembapan relatif dan tekanan udara.

$$u(\rho_A) = \rho_A \times \left[\left(\frac{u_{p_A}(\rho_A)}{\rho_A} \times u(p_A) \right)^2 + \left(\frac{u_{t_A}(\rho_A)}{\rho_A} \times u(t_A) \right)^2 + \left(\frac{u_{hr}(\rho_A)}{\rho_A} \times u(hr) \right)^2 + \left(\frac{u_{form}(\rho_A)}{\rho_A} \right)^2 \right]^{1/2} \quad (12)$$

5. Ketidakpastian dari penentuan nilai densitas anak timbangan acuan (u_{ρ_B})

Ketidakpastian baku densitas anak timbangan acuan dapat dianalisis berdasarkan data densitas anak timbangan acuan pada sertifikat kalibrasi. Sebagai alternatif, nilai ketidakpastian yang sesuai dengan kelas anak timbangan menurut dokumen OIML R111-1 dapat digunakan [8].

6. Ketidakpastian dari penentuan nilai koefisien muai termal (u_{γ})

Koefisien muai termal dapat ditentukan berdasarkan karakteristik bahan dari peralatan volumetrik, seperti pada Tabel 3.

Tabel 3. Koefisien muai termal peralatan volumetrik

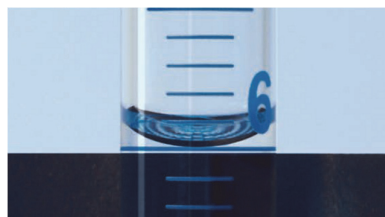
Material	Coefficient of cubic thermal expansion, γ^a $^{\circ}\text{C}^{-1} \times 10^{-6}$
Borosilicate glass 3.3	9,9
Borosilicate glass 5.0	15
Soda-lime glass	27
Polypropylene (PP)	240
Polystyrene (PS)	450
Polycarbonate (PC)	210
Perfluoroalkoxy-copolymer (PFA)	390
Polymethylpentene (PMP)	360
Styrene acrylonitrile (SAN)	55
Aluminium	69
Stainless steel	48
Carbon fibre	1
Silicon dioxide	48
Coper-zinc alloy (brass)	54

^a $\gamma = 3 \alpha$, where α is the coefficient of linear thermal expansion.

Jika produsen peralatan volume mencantumkan nilai koefisien muai termal dari peralatan volumetrik yang diproduksi, maka nilai tersebut sebaiknya digunakan. Ketidakpastian baku dapat diestimasi sebesar 10% dari nilai koefisien muai termal bahan peralatan volumetrik.

7. Ketidakpastian pengaturan posisi meniskus air destilasi ($u_{\delta V_{men}}$)

Meniskus merupakan bentuk permukaan lengkung air destilasi di dalam tabung yang dapat berbentuk cekung atau cembung. Pembacaan volume yang benar yaitu ketika posisi meniskus menyentuh garis skala (*graduation*) atau berada pada garis skala. Dalam hal ini, penggunaan alat bantu (kaca pembesar atau kamera dan sebagainya) sebaiknya digunakan untuk mengamati posisi meniskus air destilasi dengan garis skala.



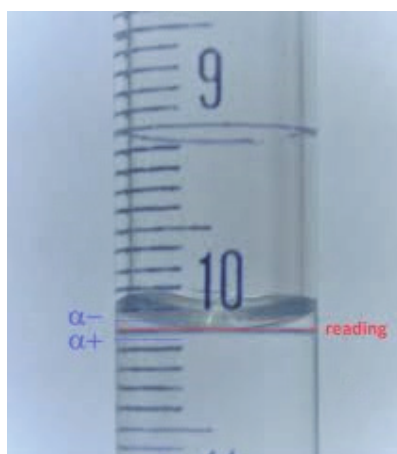
Gambar 9. Bentuk meniskus pada peralatan volumetrik [5]

Variasi pengaturan meniskus dan pembacaan skala yang dilakukan bergantung dari keahlian masing-masing operator. Variasi ini mempengaruhi secara langsung nilai standar deviasi eksperimen dan volume hasil kalibrasi. Oleh karena itu,

ketidakpastian pengaturan meniskus harus diperhitungkan sebagai salah satu sumber ketidakpastian pengukuran. Ketidakpastian baku pengaturan meniskus dapat dianalisis berdasarkan garis skala pada peralatan volumetrik.

1. Meniskus pada peralatan volumetrik berskala

Ketidakpastian akibat meniskus dapat diperkirakan sebagai ketidakpastian penentuan volume akibat resolusi atau daya baca dari skala peralatan volumetrik. Praktik yang biasa dilakukan yaitu ketidakpastian diasumsikan dengan distribusi segi empat (*rectangular*) diantara rentang $\alpha -$ sampai $\alpha +$, kemudian ketidakpastian baku dihitung sebagai $\alpha / (2\sqrt{3})$, seperti berikut:



Gambar 10. Meniskus pada peralatan volumetrik berskala [4]

Pada Gambar 10, dapat dilihat bahwa meniskus air destilasi ditempatkan pada nominal 10 ml, dengan resolusi peralatan volumetrik sebesar $\alpha = 0,1$ ml. Ketidakpastian meniskus berada diantara rentang $\alpha - = 9,95$ ml sampai $\alpha + = 10,05$ ml. Ketidakpastian baku meniskus air destilasi dapat dihitung sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 u(\delta V_{men}) &= \frac{\alpha}{2\sqrt{3}} & (13) \\
 &= \frac{0,1}{2\sqrt{3}} = 0,029 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

Sebagai alternatif ketidakpastian baku meniskus air destilasi dapat dievaluasi dengan distribusi segi tiga (*triangular*) dalam rentang ketidakpastian yang sama, seperti berikut:

$$u(\delta V_{men}) = \frac{\alpha}{2\sqrt{6}} \quad (14)$$

$$= \frac{0,1}{2\sqrt{6}} = 0,020 \text{ ml}$$

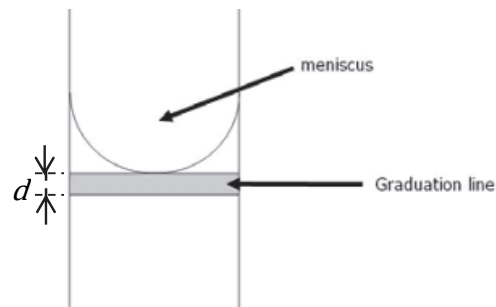
Jika alat bantu (kaca pembesar atau kamera) yang digunakan dapat menghasilkan bentuk posisi meniskus air destilasi dengan garis skala yang lebih baik, maka nilai $\alpha -$ dan $\alpha +$ dapat lebih kecil dari setengah resolusi.

2. Meniskus pada peralatan volumetrik nominal tunggal

Pada peralatan volumetrik nominal tunggal, evaluasi ketidakpastian berdasarkan resolusi tidak dapat dilakukan, karena pada peralatan volumetrik tersebut hanya terdapat garis skala tunggal. Ketidakpastian meniskus air destilasi dapat dievaluasi berdasarkan ketidakpastian penempatan dan penentuan titik terendah dari meniskus air destilasi pada garis skala (u_p) dan luas penampang bagian dalam dari peralatan volumetrik (E). Ketidakpastian baku meniskus air destilasi dapat dihitung menggunakan Persamaan (15).

$$u(\delta V_{men}) = u_p \times E \quad (15)$$

Nilai u_p dapat dianalisis setengah dari tebal garis skala ($u_p = 0,5 \times d$). Nilai tebal garis skala pada masing-masing peralatan volumetrik dapat diperoleh dari hasil pengukuran atau diestimasi berdasarkan dokumen acuan.



Gambar 11. Ilustrasi meniskus dan tebal garis skala

(Sumber Gambar: EURAMET cg-21)

8. Ketidakpastian dari pengukuran berulang ($u_{\delta V_{rep}}$)

Ketidakpastian pengukuran volume berulang dianalisis berdasarkan nilai standar deviasi serangkaian pengukuran volume pada satu titik ukur. Ketidakpastian baku dihitung menggunakan Persamaan (16).

$$u(\delta V_{rep}) = \frac{s(V_{20})}{\sqrt{n}} \quad (16)$$

dengan,

$s(V_{20})$ = standar deviasi dari serangkaian pengukuran volume (ml)

n = banyak data hasil pengukuran

Koefisien Sensitivitas

Untuk memudahkan perhitungan koefisien sensitivitas, penggunaan substitusi A, B, C dan m berikut dapat dilakukan pada Persamaan (1)

$$A = \frac{1}{\rho_W - \rho_A} ; B = 1 - \left(\frac{\rho_A}{\rho_B}\right) ; C = 1 - \gamma(t - t_{20}) ; m = I_L - I_E ;$$

maka Persamaan (1), dapat ditulis kembali menjadi Persamaan (17),

$$V_{20} = m \times A \times B \times C \quad (17)$$

sehingga, koefisien sensitivitas untuk masing-masing sumber ketidakpastian adalah sebagai berikut:

1. Massa

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial m} = A \times B \times C$$

2. Suhu air destilasi

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial t} = m \times A \times B \times (-\gamma)$$

3. Densitas air destilasi

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_W} = -m \times A^2 \times B \times C$$

4. Densitas udara

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_A} = m \times A \times C \times \left(B \times A - \frac{1}{\rho_B} \right)$$

5. Densitas anak timbangan acuan

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_B} = m \times A \times C \times \frac{\rho_A}{\rho_B^2}$$

6. Koefisien muai termal

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \gamma} = m \times A \times B \times (t_{20} - t)$$

7. Meniskus

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \delta V_{men}} = 1$$

8. Pengukuran berulang

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \delta V_{rep}} = 1$$

Ketidakpastian Baku Gabungan (u_c)

Ketidakpastian baku gabungan dari volume pada suhu acuan dihitung menggunakan Persamaan (18).

$$u_c(V_{20}) = \left[\left(\frac{\delta V_{20}}{\delta m} \cdot u_m \right)^2 + \left(\frac{\delta V_{20}}{\delta t} \cdot u_t \right)^2 + \left(\frac{\delta V_{20}}{\delta \rho_w} \cdot u_{\rho_w} \right)^2 + \left(\frac{\delta V_{20}}{\delta \rho_A} \cdot u_{\rho_A} \right)^2 + \left(\frac{\delta V_{20}}{\delta \rho_B} \cdot u_{\rho_B} \right)^2 + \left(\frac{\delta V_{20}}{\delta \gamma} \cdot u_\gamma \right)^2 + u_{\delta V_{men}}^2 + u_{\delta V_{rep}}^2 \right]^{1/2} \quad (18)$$

Derajat Kebebasan Efektif (v_{eff})

Derajat kebebasan efektif dapat dihitung menggunakan Persamaan (19).

$$v_{eff} = \frac{u_c^2}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^2}{v_i}} \quad (19)$$

dengan u_i dan v_i adalah ketidakpastian baku dan derajat kebebasan dari masing-masing sumber ketidakpastian.

Faktor Cakupan (k)

Faktor cakupan (k) merupakan faktor numerik yang digunakan sebagai pengali dari ketidakpastian baku gabungan untuk mendapatkan ketidakpastian bentangan. Faktor cakupan dapat dihitung menggunakan Persamaan (20).

$$k = 1,95996 + 2,37356/v_{eff} + 2,818745/v_{eff}^2 + 2,546662/v_{eff}^3 + 1,761829/v_{eff}^4 + 0,245458/v_{eff}^5 + 1,000764/v_{eff}^6 \quad (20)$$

Ketidakpastian Bentangan (U)

Ketidakpastian bentangan dihitung berdasarkan ketidakpastian baku gabungan dan faktor cakupan menggunakan Persamaan (21).

$$U(V_{20}) = k \times u_c(V_{20}) \quad (21)$$

12. Pelaporan Hasil Kalibrasi

Format pelaporan hasil kalibrasi harus sesuai dengan persyaratan umum dan persyaratan khusus untuk pelaporan hasil kalibrasi yang tercantum dalam dokumen SNI ISO/IEC 17025:2017.

Hasil kalibrasi yang dilaporkan yaitu volume nominal yang dikalibrasi, nilai koreksi dan ketidakpastiannya. Nilai ketidakpastian pengukuran dituliskan maksimal dalam 2 angka penting. Pelaporan nilai koreksi mengikuti jumlah digit dari nilai ketidakpastian.

Pembulatan nilai ketidakpastian hasil kalibrasi sebaiknya dilakukan pembulatan ke atas. Sedangkan pada nilai hasil kalibrasi (koreksi), pembulatan dapat dilakukan secara matematis.

13. Contoh Kalibrasi Peralatan Volumetrik

Dalam panduan ini diberikan satu contoh kalibrasi peralatan volumetrik berupa pipet volume dengan nominal 5 ml. Pipet volume tersebut akan dikalibrasi dengan metode gravimetrik menggunakan air destilasi. Data-data pengukuran yang diberikan pada dokumen ini dapat digunakan sebagai verifikasi metode dan *file* pengolahan data. Berikut adalah data-data identitas pipet volume, standar dan peralatan lainnya, serta data pengukuran.

13.1. Unit under Test (UUT)

UUT	: Pipet volume
Volume Nominal	: 5 ml
Suhu Acuan	: 20 °C
Kelas	: A
Material	: <i>Borosilicate glass 3.3</i>

13.2. Standar dan peralatan lainnya

Timbangan dan peralatan lainnya yang digunakan dalam kalibrasi pipet volume di atas, diuraikan pada Tabel 4.

Tabel 4. Spesifikasi peralatan standar kalibrasi pipet volume

Peralatan	Resolusi	Ketidakpastian ($k=2$)
Timbangan (g)	0,000 1	0,000 2
Termometer cairan (°C)	0,1	0,12
Termometer lingkungan (°C)	0,01	0,30
Higrometer (%RH)	0,1	2,3
Barometer (mbar)	0,1	0,2
Stopwatch (s)	0,01	-

13.3. Data Pengukuran

Data pengukuran pada kalibrasi pipet volume terdiri dari pengukuran diameter dan tebal garis batas atas, kondisi lingkungan, penimbangan bejana timbang kosong dan penimbangan bejana timbang berisi air destilasi.

a. Diameter dan tebal garis volume nominal (garis batas atas)

Nilai diameter dan tebal garis dapat diperoleh dari pengukuran menggunakan *vernier caliper* yang terkalibrasi atau diestimasi berdasarkan dokumen acuan ISO 648. Nilai diameter dan tebal garis ditunjukkan pada Tabel 5.

Tabel 5. Pengukuran diameter dan tebal garis

	Pengukuran ke-1	Pengukuran ke-2	Pengukuran ke-3
Diameter dalam (mm)	3,03	3,03	3,02
Tebal garis (mm)	0,3	0,3	0,3

b. Pengukuran kondisi lingkungan

Pengukuran kondisi lingkungan dilakukan pada awal dan akhir dari kalibrasi pipet volume. Nilai kondisi lingkungan digunakan untuk menghitung nilai densitas udara pada saat kalibrasi. Nilai pengukuran kondisi lingkungan ditunjukkan pada Tabel 6.

Tabel 6. Kondisi lingkungan sebelum dan setelah kalibrasi

	Suhu udara (°C)	Kelembapan (%RH)	Tekanan (mbar)
Awal	20,24	43,4	1000,0
Akhir	20,18	44,6	999,6

c. Penimbangan

Penimbangan dilakukan pada bejana timbang dalam keadaan kosong dan bejana timbang yang telah berisi air destilasi. Penimbangan dapat dilakukan dengan skema *Zero - Load - Zero*, dimana *Zero* adalah pembacaan timbangan pada saat tanpa beban, dan *Load* adalah pembacaan timbangan saat diberikan beban baik bejana timbang kosong atau bejana timbang yang berisi air destilasi. Skema penimbangan bejana timbang kosong ditunjukkan pada Tabel 7 dan skema penimbangan bejana timbang yang berisi air destilasi ditunjukkan pada Tabel 8.

Tabel 7. Penimbangan bejana timbang kosong (I_E)

Penimbangan ke-	Zero (g)	Load (g)	Zero (g)
R1	0,000 0	9,029 1	0,000 0
R2	0,000 0	9,028 9	0,000 0
R3	0,000 0	9,028 8	0,000 0
R4	0,000 0	9,029 8	0,000 0
R5	0,000 0	9,029 1	0,000 0

Tabel 8. Penimbangan bejana timbang berisi air destilasi (I_L)

Penimbangan ke-	Zero (g)	Load (g)	Zero (g)	Suhu cairan (°C)
R1	0,000 0	14,019 0	0,000 0	19,3
R2	0,000 0	14,019 3	0,000 0	19,4
R3	0,000 0	14,017 4	0,000 0	19,4
R4	0,000 0	14,018 2	0,000 0	19,3
R5	0,000 0	14,018 5	0,000 0	19,4

13.4. Analisis Hasil Kalibrasi

Analisis hasil kalibrasi dilakukan untuk mendapatkan nilai volume aktual pada suhu acuan 20 °C. Analisis dilakukan berdasarkan data pengukuran yang terdapat pada Tabel 5, 6, 7 dan 8. Perhitungan nilai volume aktual pada suhu 20 °C dilakukan menggunakan Persamaan (1) dan nilai densitas air destilasi dihitung menggunakan Persamaan (2) berdasarkan suhu air destilasi yang telah terkoreksi. Analisis hasil kalibrasi untuk data pengukuran ke 1 sampai ke 5 ditunjukkan pada Tabel 9.

Tabel 9. Analisis hasil kalibrasi

Penimbangan ke-	I_E (g)	I_L (g)	$I_L - I_E$ (g)	Suhu air destilasi terkoreksi (°C)	Densitas air destilasi (g/cm ³)	Volume pada suhu 20 °C (ml)
R1	9,029 1	14,019 0	4,989 8	19,56	0,998 297	5,003 6
R2	9,028 9	14,019 3	4,990 3	19,66	0,998 276	5,004 2
R3	9,028 8	14,017 4	4,988 5	19,66	0,998 276	5,002 3
R4	9,029 8	14,018 2	4,988 3	19,56	0,998 297	5,002 1
R5	9,029 1	14,018 5	4,989 3	19,66	0,998 276	5,003 2
			Rata-rata	19,62	0,998 284	5,002 9
			Standar deviasi	0,056		0,000 941

Berdasarkan Tabel 9, diperoleh nilai volume rata-rata pada suhu 20 °C sebesar 5,002 9 ml dengan standar deviasi sebesar 0,000 941 ml.

13.5. Evaluasi Ketidakpastian Hasil Kalibrasi

13.5.1 Analisis komponen ketidakpastian

Evaluasi ketidakpastian pengukuran dilakukan sesuai dengan uraian pada sub-judul ke-11 tentang Evaluasi Ketidakpastian Pengukuran. Analisis masing-masing sumber ketidakpastian diuraikan sebagai berikut:

a. Penimbangan massa air destilasi (u_m)

Nilai ketidakpastian baku massa baik $u(I_L)$ dan $u(I_E)$, diperoleh dari nilai ketidakpastian hasil kalibrasi timbangan ($k=2$) dan resolusi timbangan yang dianalisis menggunakan distribusi *rectangular*:

$$u(I_L) = u(I_E) = [u(bal)^2 + u(res)^2]^{\frac{1}{2}}$$

$$= \left[\left(\frac{0,000\ 2}{2} \right)^2 + \left(\frac{0,000\ 1/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} = 0,000\ 104\ \text{g}$$

Jika dianggap korelasi penimbangan dapat diabaikan, dan nilai $\delta m = 0,000\ 15\ \text{mg}$ dengan distribusi *rectangular*, maka nilai ketidakpastian penimbangan massa air destilasi dapat dihitung menggunakan Persamaan (6).

$$u_m = [u^2(I_L) + u^2(I_E) + u^2(\delta m)]^{\frac{1}{2}}$$

$$= \left[(0,000\ 104)^2 + (0,000\ 104)^2 + \left(\frac{0,000\ 15/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} = 0,000\ 153\ \text{g}$$

b. Suhu air destilasi (u_t)

Ketidakpastian baku suhu air destilasi diperoleh dari nilai ketidakpastian hasil kalibrasi termometer $U(ther) = 0,12$ °C dengan ($k=2$) dan resolusi termometer cairan yang dianalisis menggunakan distribusi rectangular. Dalam contoh ini, jika dianggap bahwa nilai $\delta t = 0,06$ °C dengan distribusi *rectangular*, maka nilai ketidakpastian pengukuran suhu air destilasi dapat dihitung menggunakan persamaan (8).

$$u(t_w) = \left[\left(\frac{U(ther)}{k} \right)^2 + u^2(t_{res}) + u^2(\delta t) + u^2(\delta t_w) \right]^{1/2}$$

$$= \left[\left(\frac{0,12}{2} \right)^2 + \left(\frac{0,1/2}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{0,06/2}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{0,056}{\sqrt{5}} \right)^2 \right]^{1/2} = 0,073 \text{ °C}$$

dengan mempertimbangkan perbedaan suhu antara suhu udara dan suhu air destilasi kurang dari 0,5 °C, maka:

$$u(\delta t_s) = \frac{0,5}{2\sqrt{3}} = 0,144 \text{ °C}$$

sehingga,

$$u_t = [u^2(t_w) + u^2(\delta t_s)]^{1/2}$$

$$= [(0,073)^2 + (0,144)^2]^{1/2} = 0,162 \text{ °C}$$

c. Densitas air destilasi (u_{ρ_w})

Ketidakpastian baku densitas air destilasi diperoleh dari perhitungan pada Persamaan (9), dengan nilai variasi densitas air destilasi akibat variasi suhu $u(\rho_{w,t}) = 1,48 \times 10^{-5}$ g/ml dan ketidakpastian baku dari kemurnian air destilasi $u(\delta \rho_w) = 1,00 \times 10^{-5}$ g/ml, sehingga:

$$u(\rho_w(t_w)) = [u^2(\rho_{w,form}) + u^2(\rho_{w,t}) + u^2(\delta \rho_w)]^{1/2}$$

$$= \left[(4,5 \times 10^{-7})^2 + (1,48 \times 10^{-5})^2 + (1,0 \times 10^{-5})^2 \right]^{1/2}$$

$$= 1,79 \times 10^{-5} \text{ g/ml}$$

d. Densitas udara (u_{ρ_A})

Ketidakpastian baku relatif dari persamaan CIPM yang disederhanakan bernilai $u_{form} = 2,4 \times 10^{-4}$, dan nilai koefisien sensitivitas [5] sebagai berikut:

$$u_{p_A}(\rho_A)/\rho_A = 1 \times 10^{-5} \text{ Pa}^{-1} \text{ untuk tekanan udara}$$

$$u_{t_A}(\rho_A)/\rho_A = -4 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1} \text{ untuk suhu udara}$$

$$u_{hr}(\rho_A)/\rho_A = -9 \times 10^{-3} \text{ untuk kelembapan relatif (dalam kasus ini satuannya adalah 1, bukan \%)},$$

ketidakpastian sensor tekanan 20 Pa, sensor suhu udara 0,3 °C dan sensor kelembapan udara 2,3% (0,023), sehingga nilai ketidakpastian densitas udara dapat dihitung menggunakan Persamaan (12).

$$u(\rho_A) = \rho_A \times \left[\left(\frac{u_{p_A}(\rho_A)}{\rho_A} \times u(p_A) \right)^2 + \left(\frac{u_{t_A}(\rho_A)}{\rho_A} \times u(t_A) \right)^2 + \left(\frac{u_{hr}(\rho_A)}{\rho_A} \times u(hr) \right)^2 + \left(\frac{u_{form}(\rho_A)}{\rho_A} \right)^2 \right]^{1/2}$$

$$u(\rho_A) = 0,001\,179$$

$$\begin{aligned} & \times \left[\left((-4 \times 10^{-3}) \times (0,3) \right)^2 + \left((1 \times 10^{-5}) \times (20) \right)^2 \right. \\ & \left. + \left((-9 \times 10^{-3}) \times (0,023) \right)^2 + (2,4 \times 10^{-4})^2 \right]^{1/2} \\ & = 1,48 \times 10^{-6} \text{ g/ml} \end{aligned}$$

e. Densitas anak timbangan acuan (u_{ρ_B})

Ketidakpastian baku densitas anak timbangan acuan diperoleh dari sertifikat kalibrasi densitas dari anak timbangan acuan (jika memungkinkan) atau dapat diestimasi sesuai dengan bahan dari anak timbangan acuan [6] seperti pada Tabel 10.

Tabel 10. Estimasi nilai densitas berdasarkan material anak timbangan

Alloy/material	Assumed density	Uncertainty ($k = 2$)
Platinum	21 400 kg m ⁻³	± 150 kg m ⁻³
Nickel silver	8 600 kg m ⁻³	± 170 kg m ⁻³
Brass	8 400 kg m ⁻³	± 170 kg m ⁻³
Stainless steel	7 950 kg m ⁻³	± 140 kg m ⁻³
Carbon steel	7 700 kg m ⁻³	± 200 kg m ⁻³
Iron	7 800 kg m ⁻³	± 200 kg m ⁻³
Cast iron (white)	7 700 kg m ⁻³	± 400 kg m ⁻³
Cast iron (grey)	7 100 kg m ⁻³	± 600 kg m ⁻³
Aluminum	2 700 kg m ⁻³	± 130 kg m ⁻³

Berdasarkan Tabel 10, dan diasumsikan bahwa material anak timbangan acuan adalah *Stainless steel*, maka nilai ketidakpastian baku densitas anak timbangan dihitung sebagai berikut:

$$u(\rho_B) = \frac{0,140}{2} = 0,070 \text{ g/ml}$$

- f. Koefisien muai termal bahan (u_γ)

Koefisien muai termal (γ) dari pipet volume dengan material *borosilicate glass 3.3* yaitu $9,9 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$. Ketidakpastian baku dianalisis sebesar 10% dari nilai koefisien tersebut menggunakan distribusi *rectangular*, sebagai berikut:

$$u_\gamma = \frac{10\% \times 9,9 \times 10^{-6}}{\sqrt{3}} = 5,72 \times 10^{-7} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$$

- g. Pengaturan meniskus ($u_{\delta V_{men}}$)

Ketidakpastian baku dari pengaturan posisi meniskus pada pipet volume dianalisis berdasarkan luas penampang bagian dalam dan tebal garis volume nominal menggunakan distribusi *rectangular*, sebagai berikut:

$$\begin{aligned} u(\delta V_{men}) &= \frac{u_p \times E}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{(0,5 \times d) \times \left(\frac{1}{4} \times \pi \times D^2\right)}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{(0,5 \times 0,3) \times \left(\frac{1}{4} \times \frac{22}{7} \times 3,027\right)}{\sqrt{3}} = 0,623 \text{ mm}^3 \\ &= 6,23 \times 10^{-4} \text{ ml} \end{aligned}$$

h. Pengukuran berulang ($u_{\delta V_{rep}}$)

Ketidakpastian baku pengukuran berulang dianalisis dengan tipe A, sebagai berikut:

$$\begin{aligned} u(\delta V_{rep}) &= \frac{s(V_{20})}{\sqrt{n}} \\ &= \frac{0,000\ 941}{\sqrt{5}} = \mathbf{0,000\ 421\ ml} \end{aligned}$$

13.5.2 Koefisien sensitivitas

a. Massa

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial m} = A \times B \times C = \mathbf{1,002\ 559\ ml/g}$$

b. Suhu air destilasi

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial t} = m \times A \times B \times (-\gamma) = \mathbf{-0,000\ 050\ ml/^{\circ}C}$$

c. Densitas air destilasi

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_W} = -m \times A^2 \times B \times C = \mathbf{-5,016\ 576\ ml^2/g}$$

d. Densitas udara

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_A} = m \times A \times C \times \left(B \times \left(A - \frac{1}{\rho_B} \right) \right) = \mathbf{4,387\ 293\ ml^2/g}$$

e. Densitas anak timbangan acuan

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_B} = m \times A \times C \times \frac{\rho_A}{\rho_B^2} = \mathbf{0,000\ 093\ ml^2/g}$$

f. Koefisien muai termal

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \gamma} = m \times A \times B \times (t_{20} - t) = \mathbf{-98,160\ 291\ ^{\circ}C.ml}$$

g. Meniskus

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \delta V_{men}} = \mathbf{1}$$

h. Pengukuran berulang

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \delta V_{rep}} = \mathbf{1}$$

13.5.3 Bujet ketidakpastian

Bujet ketidakpastian kalibrasi pipet volume ditunjukkan pada Tabel 11.

Tabel 11. Bujet ketidakpastian kalibrasi pipet volume

Komponen	Satuan	Nilai	Distribusi	U	Pembagi	u	v	a	$(u \cdot a)^2$	$(u \cdot a)^4/v$
Massa	g	4,989 287	Normal	1,53E-04	1	1,53E-04	60	1,002 559	2,37E-08	9,33E-18
Suhu air destilasi	°C	19,620	Normal	1,62E-01	1	1,62E-01	60	-0,000 050	6,42E-11	6,88E-23
Densitas air destilasi	g/ml	0,998 284	Normal	1,79E-05	1	1,79E-05	60	-5,016 576	8,05E-09	1,08E-18
Densitas udara	g/ml	0,001 179	T-student	1,48E-06	1	1,48E-06	60	4,387 293	4,23E-11	2,98E-23
Densitas AT acuan	g/ml	7,950	Normal	1,40E-01	2	7,00E-02	60	0,000 093	4,27E-11	3,03E-23
Koefisien muai termal	°C ⁻¹	9,9×10 ⁻⁶	Rect.	9,90E-07	1,73	5,72E-07	50	-98,160 291	3,15E-09	1,98E-19
Meniskus	ml	-	Rect.	1,08E-03	1,73	6,23E-04	50	1	3,88E-07	3,01E-15
Pengukuran berulang	ml	-	Normal	4,21E-04	1	4,21E-04	4	1	1,77E-07	7,85E-15
<i>Sums</i>										
									6,00E-07	1,09E-14
									0,000 775	
									33	
									2,03	
									0,001 6	

13.6. Pelaporan hasil kalibrasi

Berdasarkan analisis hasil kalibrasi dan evaluasi ketidakpastian yang telah dilakukan, maka hasil kalibrasi dapat dilaporkan dengan format penulisan sebagai berikut:

Tabel 12. Pelaporan hasil kalibrasi pipet volume

Nominal (ml)	Koreksi (ml)	Ketidakpastian ($k=2$) (ml)
5	0,003	0,002

Pada Tabel 12, nilai ketidakpastian yang dilaporkan dituliskan dalam 1 angka penting dengan pembulatan ke atas (*round up*) dan penulisan nilai koreksi disesuaikan dengan jumlah digit dari nilai ketidakpastian.

Selain hasil kalibrasi pada Tabel 12, format laporan harus sesuai dengan persyaratan umum dan persyaratan khusus untuk laporan kalibrasi yang tercantum dalam dokumen SNI ISO/IEC 17025: 2017.

LAMPIRAN A

(Normatif)

Waktu Pengaliran dan Waktu Tunggu pada Peralatan Volumetrik

Waktu pengaliran adalah waktu yang diperlukan oleh meniskus dari garis batas atas sampai beberapa milimeter di atas garis batas bawah. Sedangkan waktu tunggu adalah waktu yang harus diterapkan setelah meniskus sampai pada posisi beberapa milimeter di atas garis batas bawah dan sebelum pengaturan meniskus batas bawah dilakukan.

Waktu pengaliran dan waktu tunggu diterapkan pada peralatan volumetrik jenis "Ex" dan nilainya berbeda untuk masing-masing peralatan volumetrik, seperti pada Tabel 13 sampai Tabel 19. Penjelasan lebih rinci terdapat pada masing-masing dokumen acuan normatif dari peralatan volumetrik.

1. Pipet Volume

Pipet volume terdiri dari 3 kelas yaitu A dan AS untuk *grade* lebih tinggi dan kelas B untuk *grade* yang lebih rendah. Kelas A dan B tidak memerlukan waktu tunggu, sedangkan untuk kelas AS waktu tunggu ditentukan selama 5 s dan/atau sesuai dengan yang tertera (*marked*) pada pipet, seperti "Ex + 5 s" atau "Ex + 15 s". Selain itu, kelas A, AS dan B memiliki waktu pengaliran yang berbeda, seperti pada Tabel 13.

Tabel 13. Waktu pengaliran pipet volume kelas A, AS dan B dalam sekon (s)

Nominal volume ml		0,5	1	2	5	10	20	25	50	100
Class A	min.	10	10	10	15	15	25	25	30	40
	max.	20	20	25	30	40	50	50	60	60
Class AS	min.	6	7	7	9	11	12	15	20	25
	max.	10	11	11	13	15	16	20	25	30
Class B	min.	4	5	5	7	8	9	10	13	25
	max.	20	20	25	30	40	50	50	60	60
Maximum permissible difference between observed and marked delivery times	max.	2	2	2	3	3	4	4	5	5

2. Pipet Ukur

Pipet ukur terdiri dari 3 kelas yaitu kelas A dan AS untuk *grade* lebih tinggi dan kelas B untuk *grade* yang lebih rendah. Kelas A dan kelas B tidak memerlukan waktu tunggu, sedangkan untuk kelas AS waktu tunggu ditentukan selama 5 s dan/atau sesuai dengan yang tertera (*marked*) pada pipet. Selain itu, pipet ukur terdiri dari 4 tipe dengan masing-masing jenis dan waktu pengaliran, sebagai berikut:

a. Tipe 1: *Partial delivery*

Pipet ukur tipe 1 diperuntukan untuk mengalirkan cairan dari garis nol di bagian atas ke garis skala mana pun. Volume nominal (kapasitas) diwakili oleh garis skala terendah pada pipet. Waktu pengaliran untuk pipet ukur tipe 1 sesuai dengan Tabel 14.

Tabel 14. Waktu pengaliran untuk pipet ukur tipe 1 dalam sekon (s)

Nominal capacity ml	Smallest scale division ml	Delivery time					
		Class A		Class AS		Class B	
		s min.	s max.	s min.	s max.	s min.	s max.
0,1	0,01	2	3	—	—	2	3
0,2	0,01	2	4	—	—	2	4
0,5	0,01	—	—	4	10	2	11
1	0,01	7	10	4	10	2	11
1	0,10	2	10	4	10	2	11
2	0,02	8	12	4	10	2	12
2	0,10	2	12	4	10	2	12
5	0,05	10	14	7	13	5	14
5	0,10	4	14	7	13	5	14
10	0,1	13	17	7	13	5	17
20	0,1	—	—	11	17	9	21
25 ^a	0,1	15	21	11	17	9	21
25	0,2	5	15	—	—	5	15

^a Length 450 mm, see Table 2.

b. Tipe 2: *Total delivery*

Pipet ukur tipe 2 diperuntukan untuk mengalirkan cairan dari garis skala mana pun sampai ke *jet*. Volume nominal (kapasitas) diwakili oleh garis skala tertinggi pada pipet. Waktu pengaliran untuk pipet ukur tipe 2 sesuai dengan Tabel 15.

Tabel 15. Waktu pengaliran untuk pipet ukur tipe 2 dalam sekon (s)

Nominal capacity ml	Smallest scale division ml	Delivery time					
		Class A		Class AS		Class B	
		s min.	s max.	s min.	s max.	s min.	s max.
0,1	0,01	1	3	—	—	1	3
0,2	0,01	1	4	—	—	1	4
0,5	0,01	—	—	4	10	2	11
1	0,01	5	7	4	10	2	11
1	0,10	2	7	4	10	2	11
2	0,02	6	9	4	10	2	12
2	0,10	2	9	4	10	2	12
5	0,05	8	11	7	13	5	14
5	0,10	4	11	7	13	5	14
10	0,1	10	13	7	13	5	17
20	0,1	—	—	11	17	9	21
25 ^a	0,1	11	16	11	17	9	21
25	0,2	11	16	—	—	9	21

^a Length 450 mm, see Table 2.

c. Tipe 3: *Total delivery*

Pipet ukur tipe 3 diperuntukan untuk mengalirkan cairan dari garis nol di bagian atas ke garis skala mana pun. Volume nominal (kapasitas) diperoleh dari garis nol sampai ke *jet*. Waktu pengaliran untuk pipet ukur tipe 3 sesuai dengan Tabel 16.

Tabel 16. Waktu pengaliran untuk pipet ukur tipe 3 dalam sekon (*s*)

Nominal capacity ml	Smallest scale division ml	Delivery time					
		Class A		Class AS		Class B	
		s min.	s max.	s min.	s max.	s min.	s max.
0,1	0,01	1	3	—	—	1	3
0,2	0,01	1	4	—	—	1	4
0,5	0,01	—	—	4	10	2	11
1	0,01	5	7	4	10	2	11
1	0,10	5	7	4	10	2	11
2	0,02	6	9	4	10	2	12
2	0,10	6	9	4	10	2	12
5	0,05	8	11	7	13	5	14
5	0,10	8	11	7	13	5	14
10	0,1	10	13	7	13	5	17
20	0,1	—	—	11	17	9	21
25 ^a	0,1	11	16	11	17	9	21
25	0,2	11	16	—	—	9	21

^a Length 450 mm, see Table 2.

d. Tipe 4: *Blow-out*

Pipet ukur untuk pengaliran keseluruhan cairan (tipe 3), di mana tetes terakhir dalam *jet* dikeluarkan dengan melakukan *blow-out*. Pipet tipe *blow-out* setara dengan kelas B. Waktu pengaliran untuk pipet tipe 4 sesuai dengan Tabel 17.

Tabel 17. Waktu pengaliran untuk pipet tipe 4 dalam sekon (*s*)

Nominal capacity ml	Smallest scale division ml	Delivery time	
		Class B	
		s min.	s max.
0,1	0,01	1	3
0,2	0,01	1	4
1	0,01	2	7
1	0,10	2	7
2	0,02	2	7
2	0,10	2	7
5	0,05	4	10
5	0,10	4	10
10	0,1	4	10
25	0,2	5	15

3. Buret

a. Waktu pengaliran tanpa waktu tunggu untuk buret

Waktu pengaliran air destilasi pada buret yang tidak memerlukan waktu tunggu diaplikasikan pada buret kelas A dan kelas B. Waktu pengaliran untuk buret tanpa waktu tunggu ditunjukkan pada Tabel 18.

Tabel 18. Waktu pengaliran buret tanpa waktu tunggu

Nominal capacity ml	Subdivision ml	Delivery times			
		Class A		Class B	
		s min.	s max.	s min.	s max.
1	0,01	20	50	20	50
2	0,01	15	45	10	45
5	0,01	20	75	20	65
5	0,02	20	75	20	65
10	0,02	75	95	40	95
10	0,05	75	95	45	75
25	0,05	70	100	30	70
25	0,10	35	75	30	70
50	0,10	50	100	40	100
100	0,20	60	100	30	100

b. Waktu pengaliran dengan waktu tunggu 30 s

Waktu pengaliran air destilasi pada buret dengan waktu tunggu 30 s diaplikasikan pada buret dengan kelas AS. Waktu pengaliran pada buret kelas AS dengan waktu tunggu 30 s ditunjukkan pada Tabel 19.

Tabel 19. Waktu pengaliran buret kelas AS

Nominal capacity ml	Subdivision ml	Delivery time	
		s min.	s max.
2	0,01	8	20
5	0,01	15	25
5	0,02	15	25
10	0,02	35	45
10	0,05	35	45
25	0,05	35	45
25	0,10	35	45
50	0,10	35	45

c. Waktu tunggu

Waktu tunggu digunakan pada buret dengan kelas AS. Waktu tunggu sangat penting diterapkan untuk menjaga keakuratan hasil kalibrasi. Waktu tunggu dilakukan setelah meniskus air destilasi berada beberapa milimeter di atas garis batas bawah dan pengaturan meniskus dilakukan setelah diterapkannya waktu tunggu selama 30 s.

LAMPIRAN B

(Informatif)

Maximum Permissible Errors Peralatan Volumetrik

Maximum permissible errors (mpe) adalah nilai kesalahan terbesar yang masih diijinkan pada peralatan volumetrik. Nilai mpe untuk masing-masing jenis peralatan volumetrik diberikan pada Tabel 18 sampai Tabel 26. Penjelasan lebih rinci terdapat pada masing-masing dokumen acuan normatif dari peralatan volumetrik.

1. Labu Ukur

Tabel 18. Dimensi dan *maximum permissible error* untuk labu ukur leher sempit (*narrow-necked flasks*) terbuat dari kaca

Essential dimensions			Tolerances		Recommended dimensions					
Nominal capacity ml	Internal neck diameter d_1 mm	Distance of graduation line ¹⁾ h_2 mm min.	Maximum permitted errors		Overall height ²⁾ h_1 ± 5 mm	Bulb diameter d_2 mm (approx.)	Base diameter d_3 mm min.	Wall thickness s mm min.	Ground joint ³⁾	
			Class A ml	Class B ml					k4	k6
1	7 ± 1	5	$\pm 0,025$	$\pm 0,050$	65	13	13	0,7	7/11	7/16
2	7 ± 1	5	$\pm 0,025$	$\pm 0,050$	70	17	15	0,7	7/11	7/16
5	7 ± 1	5	$\pm 0,025$	$\pm 0,050$	70	22	15	0,7	7/11	7/16
10	7 ± 1	5	$\pm 0,025$	$\pm 0,050$	90	27	18	0,7	7/11	7/16
20	9 ± 1	5	$\pm 0,040$	$\pm 0,080$	110	39	18	0,7	10/13	10/19
25	9 ± 1	5	$\pm 0,040$	$\pm 0,080$	110	40	25	0,7	10/13	10/19
50	11 ± 1	10	$\pm 0,060$	$\pm 0,120$	140	50	35	0,7	12/14	12/21
100	13 ± 1	10	$\pm 0,100$	$\pm 0,200$	170	60	40	0,7	12/14 ⁴⁾	12/21 ⁴⁾
200	$15,5 \pm 1,5$	10	$\pm 0,150$	$\pm 0,300$	210	75	50	0,8	14/15	14/23
250	$15,5 \pm 1,5$	10	$\pm 0,150$	$\pm 0,300$	220	80	55	0,8	14/15	14/23
500	19 ± 2	15	$\pm 0,250$	$\pm 0,500$	260	100	70	0,8	19/17	19/26
1 000	23 ± 2	15	$\pm 0,400$	$\pm 0,800$	300	125	85	1,0	24/20	24/29
2 000	$27,5 \pm 2,5$	15	$\pm 0,600$	$\pm 1,200$	370	160	110	1,2	29/22	29/32
5 000	38 ± 3	15	$\pm 1,200$	$\pm 2,400$	475	215	165	1,2	34/23	34/35

1) Minimum distance of graduation line from any point of change of diameter.
2) Overall height without stopper in accordance with figure 1.
3) In accordance with ISO 383.
4) Alternative ground joint size 14/15 and 14/23.

Tabel 19. Dimensi dan mpe untuk labu ukur leher lebar (*wide-necked flasks*) terbuat dari kaca

Essential dimensions			Tolerances		Recommended dimensions					
Nominal capacity ml	Internal neck diameter d_1 mm	Distance of graduation line ¹⁾ h_2 mm min.	Maximum permitted errors		Overall height ²⁾ h_1 ± 5 mm	Bulb diameter d_2 mm (approx.)	Base diameter d_3 mm min.	Wall thickness s mm min.	Ground joint ³⁾	
			Class A ml	Class B ml					k4	k6
5	9 ± 1	5	$\pm 0,040$	$\pm 0,080$	70	22	15	0,7	10/13	10/19
10	9 ± 1	5	$\pm 0,040$	$\pm 0,080$	90	27	18	0,7	10/13	10/19
20	11 ± 1	5	$\pm 0,060$	$\pm 0,120$	105	39	18	0,7	12/14	12/21
25	11 ± 1	5	$\pm 0,060$	$\pm 0,120$	110	40	25	0,7	12/14	12/21
50	13 ± 1	10	$\pm 0,100$	$\pm 0,200$	140	50	35	0,7	14/15	14/23
1 000	$27,5 \pm 2,5$	15	$\pm 0,600$	$\pm 1,200$	300	125	85	1,0	29/22	29/32

1) Minimum distance of graduation line from any point of change of diameter.
2) Overall height without stopper in accordance with figure 1.
3) In accordance with ISO 383.

Tabel 20. Dimensi dan *maximum permissible error* untuk labu ukur terbuat dari plastik

Essential dimensions			Tolerances		Recommended dimensions					
Nominal capacity ml	Internal neck diameter d_1 mm	Distance of graduation line ^a h_2 mm min.	Maximum permitted errors for volume		Overall height ^b h_1 ± 10 mm	Bulb diameter d_2 mm (approx.)	Base diameter d_3 mm min.	Wall thickness s mm min.	Closures	
			Class A ml	Class B ml					standard ground joint (NS) ^c k6	knuckle thread (GL) ^d
10 ^e	9 ± 1	5	±0,040	±0,080	90	30	18	0,3	10/19	18
25	9 ± 1	5	±0,040	±0,080	110	40	25	0,3	10/19	18
50	11 ± 1	10	±0,060	±0,120	140	50	30	0,4	12/21	18
100	12 ± 1,5	10	±0,100	±0,200	165	60	35	0,5	14/23	18
250	13,5 ± 2	10	±0,150	±0,300	225	80	55	0,6	19/26	25
500	15,5 ± 2	15	±0,250	±0,500	265	105	65	0,7	19/26	25
1 000	20 ± 2	15	±0,400	±0,800	300	125	85	0,8	24/29	32

^a Minimum distance of graduation line from any point of change of diameter.
^b Overall height without stopper or thread in accordance with [Figure A.1](#)
^c In accordance with ISO 383.
^d In accordance with DIN 168-1.
^e Comparable with 10 ml wide neck version made of glass (see ISO 1042).

2. Gelas Ukur

Tabel 21. Dimensi, subdivisi dan *maximum permissible error* untuk gelas ukur terbuat dari kaca tipe 1 (a dan b)

Nominal capacity ml	Overall height h_1 mm max.	Distance from top of scale to top of cylinder mm min.	Internal height to highest graduation line h_2 mm min.	Sub-divisions ml	Capacity at lowest graduation line ml max.	Max. permissible error \pm ml	
						Class A	Class B
5	115	20	55	0,1	1,0	0,05	0,1
10	140	20	65	0,2	1,4	0,1	0,2
25	170	25	85	0,5	2,5	0,25	0,5
50	200	30	110	1	5	0,5	1
100	260	35	145	1	10	0,5	1
250	335	40	200	2	26	1	2
500	390	45	250	5	50	2,5	5
1000	470	50	310	10	100	5	10
2000	570	50	380	20	200	10	20

Tabel 22. Dimensi, subdivisi dan *maximum permissible error* untuk gelas ukur terbuat dari kaca tipe 2

Nominal capacity ml	Overall height h_1 mm max.	Distance from top of scale to top of cylinder mm min.	Internal height to highest graduation line h_2 mm min.	Sub-divisions ml	Capacity at lowest graduation line ml max.	Max. permissible error ^a \pm ml
10	100	30	40	1	2	0,3
25	125	30	65	1	5	0,5
50	150	30	90	1 or 2	10	1
100	170	35	90	2	12	1
250	220	35	125	5	30	2
500	255	50	160	10	60	5
1000	295	50	190	20	100	10
2000	345	50	240	50	200	20

^a These maximum permissible errors correspond to accuracy Class B in accordance with ISO 384.

Tabel 23. Kapasitas, subdivisi dan *maximum permissible error* untuk gelas ukur terbuat dari plastik

Nominal capacity	Smallest division	Maximum permitted error	Maximum ungraduated capacity at base
ml	ml	ml	ml
10	0,1	± 0,1	1
10	0,2	± 0,2	1
25	0,5	± 0,5	2,5
50	1	± 1	5
100	1	± 1	10
250	2	± 2	24
500	5	± 5	50
1 000	10	± 10	100
2 000	20	± 20	200
4 000	50	± 50	400

3. Pipet Volume

Tabel 24. Nilai nominal dan *maximum permissible error* untuk pipet volume

Nominal volume	Maximum permissible error	
	Class A and AS	Class B
ml	± ml	± ml
0,5	0,005	0,010
1	0,008	0,015
2	0,010	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	0,10
100	0,08	0,15

4. Pipet Ukur

Tabel 25. Kapasitas, subdivisi dan *maximum permissible error* untuk pipet ukur

Nominal capacity	Smallest scale division	Maximum permissible error	
		Classes A and AS	Class B
ml	ml	± ml	± ml
0,1	0,01	0,006	0,01
0,2	0,01	0,006	0,01
0,5	0,01	0,006	0,01
1	0,01	0,007	0,01
1	0,10	0,007	0,01
2	0,02	0,010	0,02
2	0,10	0,010	0,02
5	0,05	0,030	0,05
5	0,10	0,030	0,05
10	0,1	0,05	0,1
20	0,1	0,1	0,2
25 ^a	0,1	0,1	0,2
25	0,2	0,1	0,2

^a Length 450 mm, see Table 2.

5. Buret

Tabel 26. Kapasitas, subdivisi dan *maximum permissible error* untuk buret

Nominal capacity ml	Subdivision ml	Maximum permissible error	
		Classes A and AS ml	Class B ml
1	0,01	$\pm 0,006$	$\pm 0,01$
2	0,01	$\pm 0,01$	$\pm 0,02$
5	0,01	$\pm 0,01$	$\pm 0,02$
5	0,02	$\pm 0,01$	$\pm 0,02$
10	0,02	$\pm 0,02$	$\pm 0,05$
10	0,05	$\pm 0,03$	$\pm 0,05$
25	0,05	$\pm 0,03$	$\pm 0,05$
25	0,10	$\pm 0,05$	$\pm 0,10$
50	0,10	$\pm 0,05$	$\pm 0,10$
100	0,20	$\pm 0,10$	$\pm 0,20$

LAMPIRAN C

Contoh Sertifikat Kalibrasi

Spesifikasi Alat *Specifications of Instrument*

Nama Alat / *Instrument* : Pipet Volume
No. Seri / *Serial Number* : -
Merk *Brand* / Pabrik *Factory* : IWAKI
Kapasitas / *Capacity* : 5 ml
Kelas / *Class* : A
Suhu Acuan / *Ref. Temperature* : 20 °C

Kalibrasi dilakukan di laboratorium SNSU-BSN dalam kondisi berikut, yang diukur dengan satu set sistem pengukuran densitas udara :

Calibration was performed in laboratory of SNSU-BSN under the following condition, as measured by a set of air density measurement system :

Densitas udara/ *Air density* : (1,179 ± 0,030) kg/m³
Temperatur udara/ *Air temperature* : (20,21 ± 0,30) °C
Kelembaban relatif/ *Relative humidity* : (44,0 ± 2,3) %RH

Kalibrasi dilakukan menggunakan metode gravimetri berdasarkan prosedur IMM.9.05 yang mengacu pada dokumen ISO 4787: 2021 "*Laboratory glass and plastic ware Volumetric Instruments - Methods For Testing of Capacity and for Use*"

The calibration was performed by gravimetric method based on IMM.9.05 procedure that refers to ISO 4787: 2021 "Laboratory glass and plastic ware Volumetric Instruments - Methods For Testing of Capacity and for Use"

Air destilasi digunakan sebagai cairan acuan dan nilai densitasnya ditentukan berdasarkan persamaan Tanaka
The distilled water was used as the reference liquid and the density value determined by the Tanaka's equation

Hasil yang dilaporkan merupakan volume pada suhu acuan dengan nilai koefisien muai termal sebesar 0,0000099 /°C
The reported result is the volume at reference temperature with cubic thermal expansion coefficient 0,0000099 /°C

Timbangan yang digunakan adalah Timbangan analitik Model CP 224 S
The Balance used is analytical balance model CP 224 S

Ketidakpastian pengukuran yang dilaporkan adalah ketidakpastian bentangan pada tingkat kepercayaan sekitar 95% dengan faktor cakupan $k = 2$, yang dievaluasi berdasarkan 'Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement', JCGM 100: 2008
Uncertainty of measurement reported is expanded uncertainty at confidence level about 95% with $k = 2$, evaluated based on 'Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement', JCGM 100: 2008

Hasil pengukuran yang dilaporkan tertelusur ke SI melalui Laboratorium SNSU-BSN, Indonesia
The reported result is traceable to SI units through SNSU - BSN, Indonesia

HASIL KALIBRASI
CALIBRATION RESULT

Nominal <i>Nominal</i> ml	Koreksi <i>Correction</i> ml	Ketidakpastian <i>Uncertainty</i> ml
5	0,003	0,002

Tanggal Kalibrasi :
Calibration date

Pelaksana/ *Calibration officer* :
Diperiksa oleh/ *Checked by* :
Kepala Lab. Massa/ :
Head of Mass Laboratory

====akhir sertifikat / *end of certificate*====

File D:\Volume\Panduan\E-23-05-179 5 ml v8 coba.xlsm

BIBLIOGRAFI

- [1] SNI ISO/IEC 17025. (2017). Persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan kalibrasi.
- [2] ISO 4787. (2021). *Laboratory glass and plastic ware — Volumetric instruments — Methods for testing of capacity and for use.*
- [3] JCGM 100. (2008). *Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement.*
- [4] EURAMET cg.19. (2018). *Guidelines on the Determination of Uncertainty in Gravimetric Volume Calibration.*
- [5] Brand. (2020). *Volumetric Measurement in the Laboratory – Learning the basics – how to work with volumetric instruments.*
- [6] ISO 3696. (1995). *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*
- [7] Tanaka, M., Girard, G., Davis, R., Peuto, A., dan Bignell, N. (2001). *Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports. Metrologia, 38, pp. 301-309*
- [8] OIML R111-1. (2004). *Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 and M3 – Part 1: Metrological and technical requirements.*