

**INSTRUKSI KERJA
PRANATA LITBANG**

LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI



**VALIDASI / VERIFIKASI
METODE PENGUJIAN**

No.Dok. : IK. 5.10-01-01
Edisi : I
Revisi : 0
Tanggal : 15 April 2019
Halaman : 1 dari 4

1. Tujuan

Untuk memvalidasi atau memverifikasi metode pengujian yang dilakukan sesuai dengan tahapan masing-masing metode.

2. Ruang Lingkup

Meliputi semua metode pengujian yang dilakukan dalam kegiatan penelitian dan pengembangan

3. Acuan

- PR. 5.10-01 : Pemilihan Metode Uji dan Verifikasinya
- Eurachem 2010

4. Definisi

-

5. Langkah Pelaksanaan

a) Linearitas

- Buat beberapa macam larutan standar yang konsentrasinya berbeda mulai dari konsentrasi rendah sampai tinggi sebanyak 5 buah konsentrasi (besarnya konsentrasi tergantung dari kepekaan alat).
- Ukur respon dari masing-masing konsentrasi tersebut.
- Buat kurva linearitas hubungan antara respon yang dihasilkan dengan konsentrasi (Nilai korelasi minimal 0,998).

b) Presisi

- Kerjakan contoh sebanyak 7 buah sesuai instruksi kerja acuan
- Plotkan hasil respon dari masing-masing contoh terhadap kurva linearitas
- Hitung nilai hasil dari contoh tersebut sesuai rumus yang ada pada metoda (ppm, ppb atau persen).
- Tentukan nilai rata-rata; standar deviasi dan RSD dari data yang dihasilkan tadi.
- Tentukan pula nilai CV Horwitz dengan mempergunakan rumus :

**INSTRUKSI KERJA
PRANATA LITBANG**

LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI



**VALIDASI / VERIFIKASI
METODE PENGUJIAN**

No.Dok. : IK. 5.10-01-01
Edisi : I
Revisi : 0
Tanggal : 15 April 2019
Halaman : 2 dari 4

$$\text{CV Horwitz} = 2^{1-0,5\log C}$$

Dimana C adalah fraksi konsentrasi

Misalnya :

$$\text{ppm} = 10^{-6}$$

$$\text{ppb} = 10^{-9}$$

$$\% = 10^{-2}$$

- Tentukan pula reapeatibilitasnya.

Presisi yang dapat diterima **jika nilai RSD yang dihasilkan harus < nilai CV Horwitz.**

c) Akurasi.

Dengan menggunakan CRM :

- Tentukan nilai CRM sesuai metoda yang dipergunakan .
- Bandingkan nilai hasil yang didapat dengan nilai CRM yang ada dalam sertifikat, apakah nilainya masuk apa tidak.

Dengan spiking

- Spiking contoh dengan standar (jumlah yang dimasukkan harus terukur konsentrasinya) sebanyak 7 buah
- Tentukan contoh yang sudah dispiking standar sesuai instruksi kerja
- Catat respon dari masing-masing contoh tersebut
- Plotkan respon yang dihasilkan kedalam kurva linearitas (contoh + standar).
- Hitung % recovery yang dihasilkan dengan rumus :

**INSTRUKSI KERJA
PRANATA LITBANG**

LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI



**VALIDASI / VERIFIKASI
METODE PENGUJIAN**

No.Dok. : IK. 5.10-01-01
Edisi : I
Revisi : 0
Tanggal : 15 April 2019
Halaman : 3 dari 4

% Recovery = (B-A)/C x100%.

Dimana : A = Konsentrasi contoh yang telah di-spiking standar

B = Konsentrasi contoh asli (diambil dari konsentrasi rata-rata presisi)

C = Jumlah standar yang di-spiking ke dalam contoh

Nilai recovery yang baik harus $100 \pm 5\%$ menunjukkan metoda yang dipakai valid.

d) LOD

- Kerjakan blanko contoh sebanyak 7 buah sesuai instruksi kerja acuan
- Ukur respon dari masing-masing blanko tersebut.
- Plotkan nilai respon yang dihasilkan terhadap kurva linearitas
- Hitung rata-rata & standar deviasinya.

Nilai LOD adalah nilai rata-rata ditambah nilai 3SD.

Hasil respon LOD harus fluktuatif, apabila diukur presisinya.

e) LOQ

- Dari hasil percobaan LOD, tentukan nilai rata-rata + 5SD atau rata-rata + 7SD
- Buat standar yang konsentrasinya senilai 2 buah tadi.
- Kerjakan sesuai instruksi kerja, ukur responnya dari masing-masing larutan tadi.
- LOQ nilai responnya harus stabil, apabila nilai responnya tidak stabil konsentrasi naikan sampai maksimum nilai rata-rata + 10SD.

**INSTRUKSI KERJA
PRANATA LITBANG**

LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI



**VALIDASI / VERIFIKASI
METODE PENGUJIAN**

No.Dok. : IK. 5.10-01-01
Edisi : I
Revisi : 0
Tanggal : 15 April 2019
Halaman : 4 dari 4

6. Dokumen Terkait :

-

Dibuat oleh:

Diperiksa oleh:

Disahkan oleh:

Dokumen ini milik LPTB

Isi dokumen ini tidak diperkenankan untuk digandakan tanpa izin LPTB