

## KALIBRASI DAN LIMIT DETEKSI KROMATOGRAFI GAS AGILENT 7890A

Neneng Laksmingpuri dan Nurfadhlini  
Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi, Email : [laksmi@batan.go.id](mailto:laksmi@batan.go.id)

### ABSTRAK

**KALIBRASI DAN LIMIT DETEKSI KROMATOGRAFI GAS AGILENT 7890A.** Telah dilakukan kalibrasi dan penentuan limit deteksi (LD) dari alat kromatografi gas Agilent 7890A menggunakan gas standar primer kedalam *system inlet sample* pada tekanan yang sama dalam beberapa kali ulangan. Nilai hasil pengukuran dibandingkan terhadap nilai sertifikat standar primer. Tujuan dari pengujian ini adalah untuk mengetahui unjuk kerja alat serta limit deteksinya. Hasil pengukuran gas-gas standar primer dibandingkan terhadap nilai sertifikat menunjukkan bahwa untuk gas hidrogen, nitrogen, oksigen dan metana kesalahan (error) berada di bawah 5%, sedangkan untuk gas argon berada di atas 5%, kesalahan maksimum yang diijinkan sebesar 10%, sehingga dapat dikatakan bahwa alat kromatografi gas Agilent 7890 A dalam keadaan stabil.

*Kata kunci : kalibrasi, limit deteksi, kromatografi gas*

### ABSTRACT

**CALIBRATION AND DETECTION LIMIT OF GAS CHROMATOGRAPHY AGILENT 7890A.** Calibration and detection limit of gas chromatography Agilent 7890A had been carried out using mixture gas primary standard. Calibration and detection limit of measurement were conducted by filling gas standard to the inlet sample system repeatedly at the same pressure. The value of measurement was being compared to certificate value. The aim of this experiment is to know the performance and detection limit of gas chromatography Agilent 7890A. The comparison result between primary gases standard measurement and certificate value showed that measurement error for hydrogen, nitrogen, oxygen, and methane gases are less than 5 %, while for helium and argon more than 5%, maximum error that allowed is 10 %, so we can conclude that the instrument is still stable or in a good condition.

*Keywords : calibration, detection limit, chromatography gas*

### PENDAHULUAN

Kromatografi adalah teknik pemisahan campuran didasarkan atas perbedaan distribusi dari komponen-komponen campuran tersebut diantara dua fase, yaitu fase diam (*stationary phase*) dan fase gerak (*mobile phase*). Jika fase gerak berupa cairan maka disebut kromatografi cair (*liquid chromatography*) dan jika fase gerak berupa gas disebut kromatografi gas (*gas chromatography*)<sup>[1]</sup>.

Berbagai kegiatan penelitian telah dilakukan di kelompok Hidrologi dan Panas Bumi, salah satunya adalah penelitian dalam bidang panas bumi yang menggunakan alat kromatografi gas agilent 7890A dalam analisis sampelnya. Kromatografi gas agilent 7890A merupakan kromatografi gas yang *customized*, karena alat ini dirancang untuk menganalisis sampel dalam bentuk gas, sehingga *injection port*nya diganti menjadi system vakum yang dilengkapi dengan *vacuum gauge* untuk mengukur tekanan gas, serta konfigurasi kolom yang khusus. Alat ini menggunakan dua gas pengemban yang berjalan secara bersamaan, dua buah detektor TCD, 3 jenis

kolom yaitu kolom Molecular Sieve 5A, Haye Sep A dan Haye Sep T. Kolom Molecular Sieve 5A dan Haye Sep A berfungsi sebagai kolom analisis, sedangkan kolom Haye Sep T sebagai kolom pelindung. Disamping itu alat ini memiliki 2 valve yang terdiri dari masing-masing 10 port, system pengolah data dan perekam (*printer*). Alat ini umumnya digunakan untuk mengukur gas-gas yang berasal dari lapangan panas bumi. Data yang dihasilkan dari alat ini dapat digunakan untuk menentukan potensi ataupun temperatur dari sumur panas bumi (*geothermometer gas*). Hasil keluaran data yang diperoleh berupa *persen peak area*<sup>[2]</sup>. Untuk mendapatkan data hasil analisis maka alat harus dalam keadaan baik dalam menganalisis suatu sampel. Oleh karena itu, untuk mengetahui kelaiikannya dilakukan kalibrasi dan batas deteksi untuk masing-masing gas standar.

Kalibrasi merupakan proses verifikasi bahwa suatu akurasi alat ukur sesuai dengan rancangannya. Kalibrasi biasa dilakukan dengan membandingkan suatu standar yang terhubung dengan standar nasional maupun internasional dan bahan-bahan acuan tersertifikasi<sup>[3]</sup>. Kalibrasi terhadap standar gas campuran primer (*primary mix*

gas standard) yang terdiri dari gas-gas He, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, Ar dan CH<sub>4</sub> dilakukan dengan cara menginjeksikan standar gas tersebut pada tekanan gas yang sama secara berulang, dan data hasil pengukuran kemudian ditentukan standardeviasi, nilai kesalahan (*error*) terhadap standar gas serta nilai limit deteksinya<sup>[4]</sup>.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui performa alat guna memenuhi sistem mutu ISO/IEC 17025:2005<sup>[4,5]</sup>.

## BAHAN DAN METODE

### Bahan

Bahan dan alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah standar campuran gas primer (*primary mixed gas standard*), pompa vakum, *vacuum gauge* dan kromatografi gas Agilent 7890A.

### Metode

Kalibrasi dilakukan dengan menggunakan gas campuran standar primer yang terdiri dari campuran gas helium, hidrogen, nitrogen, argon dan metana dengan komposisi tertentu. Pengukuran dilakukan dengan cara mengisikan sampel dari tangki utama ke dalam *system inlet sample* sebanyak 0,5 bar kurang lebih selama 1 menit, kemudian dilakukan injeksi sampel pada tekanan gas yang sama sekurang-kurangnya dilakukan sebanyak 10 kali ulangan, kemudian dihitung standar deviasi dan limit deteksi masing-masing gas.

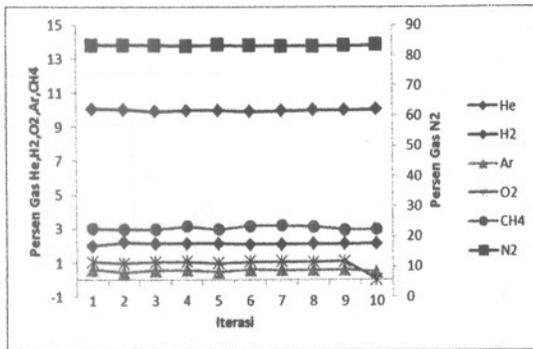
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada kegiatan industry dan penelitian peranan kalibrasi merupakan salah satu tolak ukur jaminan mutu suatu produk/penelitian, sehingga semua alat ukur (*instrumentasi*) dan bahan ukur harus dilakukan kalibrasi secara periodik, sesuai dengan persyaratan standar atau spesifikasi teknis yang berlaku. Demikian pula dengan alat yang dipakai dalam penelitian di bidang Hidrologi dan Panas bumi yang menggunakan kromatografi gas Agilent 7890A. Seperti diketahui tujuan kalibrasi adalah untuk mencapai ketertelusuran pengukuran. Sedangkan manfaat kalibrasi adalah untuk mendukung sistem mutu yang diterapkan di berbagai industry pada peralatan laboratorium dan produksi yang dimiliki serta dapat diketahui seberapa jauh perbedaan (*penyimpangan*) antara nilai benar dengan nilai yang ditunjukkan oleh alat ukur.

Dari data hasil kalibrasi standar gas campuran seperti pada Tabel 1, dapat dilihat bahwa persen *peak area* untuk semua standar gas relatif stabil. Berdasarkan data yang tercantum dalam Tabel 1, kemudian dibuat grafik kestabilan alat dan iterasinya untuk melihat sejauh mana kestabilan alat, grafik kestabilan alat tertera pada Gambar 1. Dari Gambar 1 tersebut, dapat dikatakan bahwa alat dalam keadaan stabil walaupun ada sedikit fluktuasi penurunan nilai persentase di pengulangan ke 10 untuk gas oksigen, hal ini kemungkinan dapat disebabkan adanya pengotor dalam kolom sehingga menyebabkan nilai oksigennya menurun. Untuk mengatasi hal tersebut dapat dilakukan pengaliran (*flushing*) gas *carrier* kedalam kolom terlebih dahulu beberapa saat agar gas-gas pengotor terdorong ke atmosfer.

Tabel 1. Hasil pengukuran standar gas campuran

No.	Persen (%) standar gas campuran						Σ
	He	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	Ar	CH <sub>4</sub>	
1	2,010	10,051	83,324	1,049	0,592	3,015	100
2	2,198	10,010	83,391	0,953	0,422	2,984	100 100
3	2,136	9,912	83,370	1,046	0,564	2,972	100
4	2,149	9,965	83,075	1,084	0,580	3,147	100
5	2,129	9,970	83,474	0,978	0,472	2,977	100
6	2,092	9,904	83,167	1,070	0,598	3,169	100
7	2,103	9,941	83,103	1,064	0,584	3,205	100
8	2,120	9,999	83,125	1,057	0,566	3,133	100
9	2,121	10,003	83,239	1,087	0,594	2,957	100
10	2,140	10,045	83,430	0,960	0,455	2,970	
Rerata	2,120	9,980	83,270	1,035	0,543	3,053	
SDev	0,098	0,051	0,147	0,051	0,066	0,098	



Gambar 1. Grafik kestabilan kromatografi gas

Tabel 2. Nilai kesalahan (*error*) gas standar

Gas standar	Pengukuran (%)	Sertifika t (%)	Error (%)
He	2,12	2,01	5,40
H <sub>2</sub>	9,98	10,00	0,20
N <sub>2</sub>	83,27	83,49	0,26
O <sub>2</sub>	1,03	1,00	3,00
Ar	0,54	0,50	8,00
CH <sub>4</sub>	3,05	3,00	1,66

Berdasarkan data yang tertera pada Tabel 2, rerata masing-masing gas standar kemudian dibandingkan terhadap nilai komposisi gas standar primer yang tertera pada sertifikat dan dihitung berapa besar kesalahannya (*error*). Rerata untuk gas standar helium hasil pengukuran sebesar 2,12 % sedangkan nilai gas helium yang tercantum pada sertifikat adalah 2,01 %, sehingga didapatkan nilai kesalahan (*error*) sebesar 5,47 %. Untuk gas standar hidrogen rerata hasil pengukuran sebesar 9,98 % dan nilai yang tertera pada sertifikat 10,00 % dan didapatkan nilai kesalahan sebesar 0,20 %. Untuk gas standar nitrogen rerata hasil pengukuran sebesar 83,27 % dan nilai sertifikat 83,49 %, kesalahan yang diperoleh sebesar 0,26 %. Untuk standar gas oksigen hasil pengukuran sebesar 1,03 %, nilai sertifikat 1,00 %, kesalahan yang didapat untuk oksigen sebesar 3,00 %. Rerata untuk gas standar argon hasil pengukuran sebesar 0,54 % dan nilai ada sertifikat adalah 0,50 %, sehingga kesalahan yang didapat sebesar 8,00 %, hal ini kemungkinan disebabkan nilai standar argon yang terlalu kecil sehingga jika terjadi selisih nilai terhadap standar maka menghasilkan nilai error yang cukup signifikan, untuk mengatasi hal tersebut perlu dilakukan pengulangan data lebih dari 10 kali ulangan. Nilai untuk gas standar metana rerata hasil pengukuran didapatkan sebesar 3,05 %, nilai yang tercantum

pada sertifikat sebesar 3,00 % sehingga didapatkan kesalahan sebesar 1,66 %. Meskipun demikian nilai-nilai error gas-gas standar tersebut masih berada dalam batas *error* yang diijinkan sebesar 10 %<sup>[6]</sup>.

Hal-hal yang dapat menyebabkan kesalahan dalam hasil pengukuran kemungkinan diakibatkan oleh adanya kebocoran dalam *system inlet* yang sulit untuk dideteksi dikarenakan banyaknya sambungan pipa koneksi, ketidakstabilan aliran listrik pada saat dilakukan analisis, pembacaan tekanan yang kurang tepat karena alat pengukur tekanan (*vacuum gauge*) penunjuknya berupa jarum dengan skala yang besar [Ratnasari dkk, diunduh tgl 21 September 2016].

### Limit Deteksi

Penentuan limit deteksi alat untuk gas-gas standar campuran dilakukan dengan cara menginjeksikan gas standar campuran dengan tekanan yang sama secara berulang bersamaan dengan pengukuran kalibrasi. Hasil pengukuran masing-masing gas standar kemudian dihitung berdasarkan noise dan areanya menggunakan rumus :

$$L.D = \frac{3 \times \text{noise}}{\text{area}}$$

(1)

Hasil penentuan limit deteksi untuk masing-masing gas standar tertera pada Tabel 3.

Tabel 3. Limit deteksi gas standar

Gas standar	Limit Deteksi (%)
He	$4,69 \times 10^{-3}$
H <sub>2</sub>	$4,11 \times 10^{-3}$
N <sub>2</sub>	0,397
O <sub>2</sub>	0,355
Ar	0,333
CH <sub>4</sub>	$6,48 \times 10^{-3}$

Berdasarkan hasil perhitungan, maka diperoleh nilai limit deteksi untuk masing-masing gas seperti yang tercantum pada Tabel 3. Nilai limit deteksi tersebut menunjukkan nilai batas minimum konsentrasi untuk masing-masing gas standar .

### Pengukuransampel gas panasbumi

Untuk mengetahui kehandalan alat kromatografi gas Agilent 7890A ini, maka dilakukan pengukuran sampel gas yang berasal dari lapangan panas bumi Ulubelu dan Ciwidey. Hasil pengukuran sampel gas panas bumi tertera pada Tabel 4.

Tabel 4. Data Pengukuran Sampel Gas Ulubelu dan Ciwidey

No.	KodeSampel	Gas (%)					
		He	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	Ar	CH <sub>4</sub>
1	UBL-02	0.91	5.14	84.26	0.33	0.82	8.54
2	UBL-03	0.18	8.19	86.91	0.32	0.55	3.86
3	UBL-16	0.09	6.64	89.85	0.29	0.73	2.39
4	UBL-15	0.12	6.67	89.04	0.33	0.74	3.11
5	UBL-07	0.08	3.93	83.34	0.37	1.04	11.51
6	UBL-05	0.09	2.90	86.90	0.35	1.09	8.68
7	CW-01	ttd	46.11	50.06	0.31	0.21	3.08

Berdasarkan hasil pengukuran sampel gas pada Tabel 4, terlihat bahwa sampel yang berasal dari lapangan panas bumi Ulubelu mempunyai kandungan gas-gas yang cukup besar sehingga dapat terukur oleh alat kromatografi gas, sedangkan sampel gas helium (He) yang berasal dari lapangan panas bumi Ciwidey tidak dapat terdeteksi, hal ini menandakan bahwa konsentrasi gas He berada di bawah limit deteksi alat. Dalam system panas bumi gas-gas mulia (He, Ar, Ne, Kr dan Xe) merupakan gas minor (*trace gas*). Konsentrasi gas total dalam uap panas bumi bervariasi antara 0,1-10% volume<sup>[8]</sup>.

#### KESIMPULAN

Berdasarkan data hasil kalibrasi dan pengukuran limit deteksi yang diperoleh, maka dapat disimpulkan bahwa alat kromatografi Agilent 7890 dapat dinyatakan stabil, sehingga dapat digunakan untuk pengukuran sampel-sampel gas dalam menunjang penelitian di bidang hidrologi dan panas bumi.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. CHRISTIAN GARY D., (1977), Analytical Chemistry, 2nd edition, John Wiley & Sons, New York, 151-164
2. Manual Gas Chromatography Agilent 7890A, (2011).
3. YANBEI ZHU, TAKAYOSHI K., TOMORO N., KAZUMI I., KOICHI C., (2012), Proficiency test in Japan for The Elements in Tea-Leaf Powder, Trends in Analytical Chemistry, Vol.34.
4. ADVENTINI, N., KUSMARTINI, I., SYAHFITRI, W.Y.N., KURNIAWATI S., (2015), Evaluasi Kalibrasi Internal Mikropipet Volumetrik Sebagai Implementasi Jaminan Mutu Laboratorium

Pengujian, (Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir 2015, 3 Desember 2015), Pusat sains dan Teknologi Nuklir dan Terapan Badan Tenaga Nuklir Nasional, Bandung (394-401).

5. YOHANESSUSANTO, (2014), "Estimasi Ketidak pastian dalam pengukuran/pengujian kimia", <http://www.kimia.lipi.go.id/wp-content/uploads/2010/05/estimasi-ketidakpastian-santo.pdf>, diakses 11 Juli 2016.
6. ERACHEM, The Fitness for purpose of Analytical Methods, (2014) [www.erachem.org/index.php/publications/guides/mp](http://www.erachem.org/index.php/publications/guides/mp)
7. RATNASARI, D., PRIMA HARINASTITI, R., NASUTIONS, N.E., (2012), Validasi Metode Kromatografi Gas-Spektrometri Massa untuk Analisis Residu Pestisida Triadimefon dalam Kubis, Jurnal Berkala Ilmiah Kimia Farmasi, Vol. 1, No. 1.
8. PRASETIO, R., Tesis Pasca Sarjana, Jurusan Kimia, Universitas Indonesia, Indonesia (2008).