

UM	JABATAN KIMIA	Kategori	Arahan Kerja
	PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN CHN BAGI ANALISIS SAMPEL	Dokumen No.	AK/JK.P/D/01
		Tarikh Semakan	02.07.2018 1
		Mukasurat:	1 daripada 2

1. TUJUAN

Tujuan prosedur ini ditubuhkan adalah untuk memberikan arahan yang jelas bagi langkah atau tatacara bagaimana menjalankan analisis sampel menggunakan peralatan PE 2400 Series II CHN Elemental Analyzer.

2. SKOP

Terpakai untuk pengguna dari Jabatan Kimia.

3. PROSEDUR ARAHAN

3.1 Memanaskan relau

Panaskan relau dengan menekan [Paramater] > 10

Tunggu sehingga 2 jam

Combustion temp : 925 °C

Reduction temp : 640 °C

3.2 Kalibrasi alat

(1) Tekan butang [Purge Gas] > Helium [Yes] : 120 sec, Tekan butang [Enter] dan Oxy [No]

(2) Masukkan 1 Acetanilide (ACE) sebagai sampel untuk mengkondisikan kolum.

Rujuk langkah 5 bagi tatacara kerja. Abaikan apa-apa keputusan yang tertera

(3) Letak 3 tin kapsul yang kosong berturutan pada auto tray dan jalankan sebagai 'blank' dengan menekan butang [Auto Run]

(a) Pilih 1 (tertera di panel sebagai: 1B)

Periksa spesifikasi blank. (c) – (b)

(b) Pilih 1 (tertera di panel sebagai: 1B)

C: ± 30 H: ± 100 N: ± 16

(c) Pilih 1 (tertera di panel sebagai: 1B)

Untuk keluar tekan [Auto Run] sekali lagi dan tekan butang [Start]

Nota: Jika keputusan tidak dalam spesifikasi, jalankan semula Blank, satu-per-satu

(4) Untuk mengkalibrasi alat, letak 3 ACE sebagai 'k-factor' dan 3 tin kapsul kosong sebagai 'blank' secara berselang seli di atas auto tray. Tekan butang [Auto Run]

(a) Tekan 2 → 1, masukkan berat → [Enter]

(b) Tekan 1

(c) Tekan 2 → 1, masukkan berat → [Enter]

(d) Tekan 1

(e) Tekan 2 → 1, masukkan berat → [Enter]

(f) Tekan 1

Spesifikasi setiap k-faktor. (a), (c), (e)

C: 16.5 ± 3.5

H: 50.0 ± 20

N: 6.0 ± 30

Periksa spesifikasi (e) – (c)

C: ± 30 H: ± 100 N: ± 16

Untuk keluar tekan [Auto Run] sekali lagi dan tekan butang [Start]

Nota: Jika keputusan tidak dalam spesifikasi, jalankan semula k-faktor-blank-k-faktor sehingga berjaya

(5) Untuk menentusahkan kalibrasi tadi, letakkan 1 ACE pada auto tray dan jalankan sebagai QC sampel seperti berikut:-

(a) Tekan butang [Auto Run], pilih 3 → masukkan ID → [Enter] → masukkan berat → [Enter]

(b) Untuk keluar tekan [Auto Run] sekali lagi dan tekan butang [Start]

UM	JABATAN KIMIA	Kategori	Arahan Kerja
	PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN CHN BAGI ANALISIS SAMPEL	Dokumen No.	AK/JK.P/D/01
		Tarikh Semakan	02.07.2018 1
		Mukasurat:	2 daripada 2

Periksa spesifikasi :-

	C	H	N
ACE	71.09	6.71	10.36
Spesifikasi	±0.30	±0.30	±0.30

3.3 Menguji kaji sampel

- (1) Tekan butang [Auto Run], pilih 3 → masukkan ID → [Enter] → masukkan berat → [Enter]
- (2) Untuk keluar tekan [Auto Run] sekali lagi dan tekan butang [Start]

Nota: setiap 4 sampel yang dijalan perlu letak 1 ACE yang bertindak sebagai QC sampel. Jika keputusan seperti dalam spesifikasi, teruskan untk menjalankan sampel berikutnya. Jika tida, sila buat semula kalibrasi. Langkah 3.2 (2 – 5)

4. PROSEDUR BERKAITAN

Instrument Usage/Service Application Procedure

GP-I-001

5. RUJUKAN SEMAKAN

SEMAKAN	DISEDIAKAN	DISEMAK	TARIKH	CATATAN
1	Mohd Zaidi Kamaruzzaman	Fateh Ngaliman	02.07.2018	Isu kali pertama

UM	JABATAN KIMIA	Kategori	Arahan Kerja
	PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN CHNS BAGI ANALISIS SAMPEL	Dokumen No.	AK/JK.P/D/02
		Tarikh Semakan	02.07.2018 1
		Mukasurat:	1 daripada 2

1. TUJUAN

Tujuan prosedur ini ditubuhkan adalah untuk memberikan arahan yang jelas bagi langkah atau tatacara bagaimana menjalankan analisis sampel menggunakan peralatan Leco MicroTruspec CHNS Analyzer.

2. SKOP

Terpakai untuk pengguna dari Jabatan Kimia.

3. PROSEDUR ARAHAN

3.1 Memanaskan relau

3.2 Kalibrasi alat

(1) Jalankan 'Blank'

- (a) Pada lajur 'Name' pilih 'Blank'
- (b) Lakukan perkara yang sama untuk baris di bawah berikutnya sebanyak 6 kali
- (c) Klik butang [F5 Analyze]
- (d) *Highlight* 3 baris terakhir 'Blank'. Periksa purata *standard deviation*.

C	H	N	S
< 0.05%	< 0.05%	< 0.05%	< 0.05%

Nota: Jika bacaan purata *standard deviation* di luar had spesifikasi, sila jalankan kalibrasi blank sehingga mencapai spesifikasi

(2) Lakukan 'Blank Calibration'

- (a) Dengan memilih kesemua 3 baris terakhir 'Blank'
- (b) Klik 'Configuration' pada toolbar → 'Blank' → 'Ok'

(3) Menentukur lengkung kalibrasi

- (a) Letakkan 3 BBOT secara berturutan pada *auto tray* bermula dengan 1.0mg, 1.5mg dan 2.0mg
- (b) Pada lajur 'Name' pilih 'BBOT'
- (c) Pada lajur 'Mass mg' isikan berat
- (d) Isikan baris seterusnya berdasarkan berat BBOT yang diatur pada *auto tray*
- (e) Klik butang [F5 Analyze]
- (f) *Highlight* 3 baris terakhir 'BBOT'. Periksa purata *standard deviation*

C	H	N	S
< 0.5%	< 0.5%	< 0.5%	< 0.5%

Nota: Pastikan bacaan purata *standard deviation* dalam julat spesifikasi. Jika tidak dapat, lakukan semula (a) – (e)

- (g) Klik 'Configuration' pada toolbar → 'Calibration' → 'New Calibration'

- (h) Tukar Range : Nitrogen
 Curve type : Liner
 Weighting : Normal

- (i) Lakukan perkara yang sama untuk Carbon, Hydrogen dan Nitrogen

- (j) Klik 'OK', sekiranya terdapat mesej ralat keluar, klik 'OK'. Jika tidak terus klik 'Save'

UM	JABATAN KIMIA	Kategori	Arahan Kerja
	PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN CHNS BAGI ANALISIS SAMPEL	Dokumen No.	AK/JK.P/D/02
		Tarikh Semakan	02.07.2018 1
		Mukasurat:	2 daripada 2

- (4) Menentukan lengkung kalibrasi
- Letak 1 BBOT 1.0mg atas *auto tray*
 - Pada lajur 'Name' pilih 'Sample'
 - Pada lajur 'Mass mg' isikan berat
 - Klik butang [F5 Analyze]

Nota: Pastikan bacaan yang dihasilkan mengikut spesifikasi seperti berikut:-

C	H	N	S
72.23 - 72.83	5.81 - 6.41	6.20 - 6.80	7.17 - 7.77

- (5) Drift Correction
- Jika bacaan pada (4) tidak dapat, lakukan *drift correction* seperti berikut:-
- Jalankan 3 BBOT (semua 1.0mg)
 - Highlight ketiga-tiga BBOT berkenaan, perika *standard deviation* seperti 3(f). Jika tidak ulang semula (a) satu-per-satu
 - Klik 'Configuration' pada toolbar → 'drift' → 'drift' → klik 'OK'

3.3 Menguji kaji sampel

- Letak sampel atas *auto tray* secara aturan
- Pada lajur 'Name' pilih 'Sample'. Lakukan untuk baris seterusnya
- Pada lajur 'Mass mg' isikan berat. Lakukan untuk baris seterusnya
- Klik butang [F5 Analyze]

4. PROSEDUR BERKAITAN

Instrument Usage/Service Application Procedure

GP-I-001

5. RUJUKAN SEMAKAN

SEMAKAN	DISEDIAKAN	DISEMAK	TARIKH	CATATAN
1	Mohd Zaidi Kamaruzzaman	Fateh Ngaliman	02.07.2018	Isu kali pertama