

	PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA BADAN NARKOTIKA NASIONAL	INSTRUKSI KERJA LU-IKA 30	Tgl : 05-06-2026 Ed : 03 Rev : 00 Hal : 1 dari 16
		Prosedur Pengoperasian <i>Isotope Ratio Mass Spectra</i> (IRMS)	

A. Menyalakan Flash EA-IRMS

Menyalakan *Flash EA-IRMS* dari posisi standby

1. Atur *carrier* dan *referensi* gas untuk mengoperasikan (*carrier* 125 mL/min dan *reference* 70 mL/min) dan *uncelist standby mode*, oksigen 250 mL/min untuk analisis NCA dan *carrier* dan *referensi* 90 mL/min untuk analisis OH
2. Cek kebocoran (*leak check*) pada konsisi temperatur ruangan/kamar
3. Setelah dipastikan tidak ada kebocoran, atur suhu reaktor 400°C
4. Atur suhu rector NCS setiap 200°C :

Langkah 1	: 400°C
Langkah 2	: 600°C
Langkah 3	: 800°C
Langkah 4	: tunggu selama 30 menit
Langkah 5	: 1.030°C
Langkah 6	: cek kebocoran. <i>Carrier flow</i> =<3 mL/min (200 detik) dan <6 mL/min (480 detik)
5. Selanjutnya dapat dilakukan cek performa harian.



B. Menyalakan GC-IRMS

1. Buka Tangki gas Helium (He), Nitrogen (N₂), Hidrogen (H₂), Oksigen (O₂), Karbon dioksida (CO₂), dan Karbon Monoksida (CO).
2. Cek tekanan gas Helium pada Conflo IV (>1 bar)
3. Matikan sumber *Isodat Acquisition (filament)*
4. Buka filamen (periksa kondisi vacuum)
5. Cek box dan trap = 1,5 mA (total); jika box dan trap = 0 dan HV = 3,0 kV potong filamen
6. Cek kondisi GC :
 - *Temperatur Inlet SSL* : 180°C
 - *Column flow* : 1,5 mL
 - *Oven temperature* : 30°C
 - *Combution* dan *oven HTC* dinyalakan / ON, kemudian setting suhu *combustion* sesuai dengan *element measurement*
 - Atur kenaikan suhu sedikit demi sedikit setiap 200°C dan tunggu jeda waktu 15 menit setiap kenaikan berikutnya
 - Sebelum memanaskan reaktor, cek instrumen dengan menginjeksikan air (4 µL) menggunakan split ratio 20
7. Setelah proses pengukuran selesai, lakukan langkah sebagai berikut :
 - Tutup *needle valve*
buka = 1,Xe-006 mBar (1,5-1,6 e-006)
tutup = <2,0 e-007 mBar
 - Matikan *combustion* dan oven HTC
 - Atur *combustion* dan oven HTC pada suhu kamar
 - Pada Oven, matikan temperatur (OFF)
 - Pada *Front Inlet SSL*, temperatur dan *column flow* di-OFF kan
 - Tutup aliran gas helium dari tangki gas

Dibuat oleh : Asisten Penata Laboratorium Narkotika Mahir		Diperiksa oleh: Penata Laboratorium Narkotika Ahli Muda		Disahkan oleh: Penata Laboratorium Narkotika Ahli Madya	
---	---	---	---	---	---

	PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA BADAN NARKOTIKA NASIONAL	INSTRUKSI KERJA LU-IKA 30	Tgl : 05-06-2026 Ed : 03 Rev : 00 Hal : 2 dari 16
		Prosedur Pengoperasian <i>Isotope Ratio Mass Spectra (IRMS)</i>	

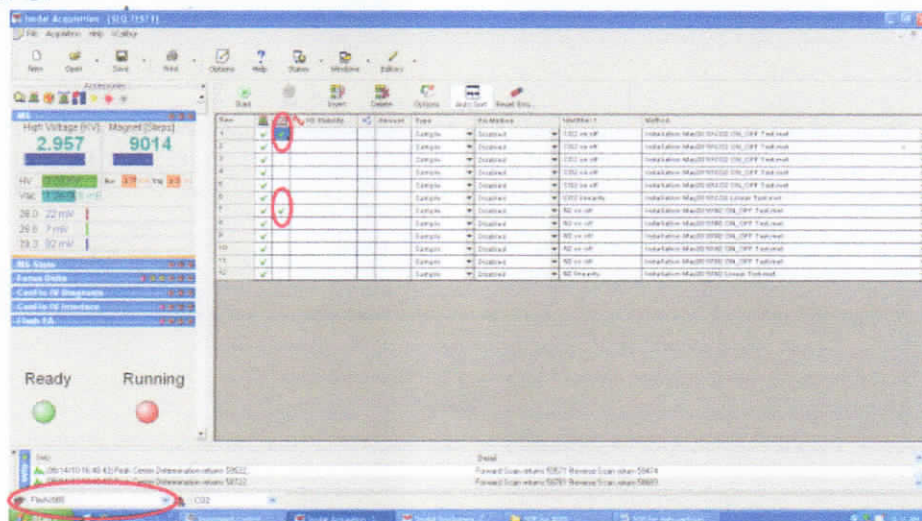
8. Tekan tombol '**pump**' untuk memulai menjalankan sistem
9. Buka '**needle valve**'
10. Nyalakan *ion source* setelah kondisi alat *vacuum* (rentang nilai **1.7-2.2 e-6** tercapai)



Gambar 1. Tombol pada IRMS

C. Cek Performa Harian

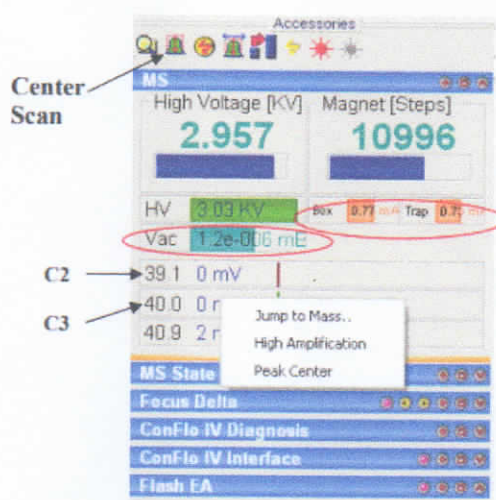
1. Cek Silinder Gas (Dilakukan setiap hari, pagi dan sore)
 - Pastikan tekanan regulator untuk gas He minimal sebesar 30 bar, jika tidak, maka dapat dialihkan pada silinder yang lain. (Untuk analisis harian gunakan regulator sebelah kanan, kiri digunakan hanya jika diperlukan/urgensi saja/cadangan).
 - Untuk gas yang lain seperti N₂, O₂, CO₂, CO, dan H₂, tekanan minimal juga sebesar 30 bar, kemudian catat dalam log book.
 - Apabila tidak sedang/akan digunakan dalam beberapa waktu (atau hari Jumat), jika tekanan pada silinder yang dipakai berada pada kisaran angka 50 bar, lebih baik diganti menggunakan silinder yang lain.
2. Cek Kebocoran Sistem (Ketika akan digunakan)
 - Lakukan setiap hari pada saat akan digunakan sebelum *running* sampel.
 - Pastikan mode ON pada sudut kiri bagian bawah.
Flash EA (Flash 2000) untuk pilihan isotop C dan N, sedangkan TC/EA untuk pilihan isotop H dan O.



Gambar 7

	PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA BADAN NARKOTIKA NASIONAL	INSTRUKSI KERJA LU-IKA 30	Tgl : 05-06-2026 Ed : 03 Rev : 00 Hal : 3 dari 16
		Prosedur Pengoperasian <i>Isotope Ratio Mass Spectra (IRMS)</i>	

- Pada jendela Instrumen Control, panel sebelah kiri, catat nilai vacuum, box dan trap. Nilai box dan trap dalam rentang ~0.6-0.9 mA(kondisi stabil). Nilai vacuum~1.7-2.2 e-6mBar.
- Untuk mengecek jejak massa dari Ar, H₂O, O₂ dan N₂ (mass 40, 18, 32, dan 28) melalui IRMS, massa tersebut harus termonitor dalam massa signal IRMS. Pada tampilan Instrumen Control, **klik kanan** untuk C3 dan pilih **"jump to mass"** dan enter mass 40. Klik **Center Scan**.

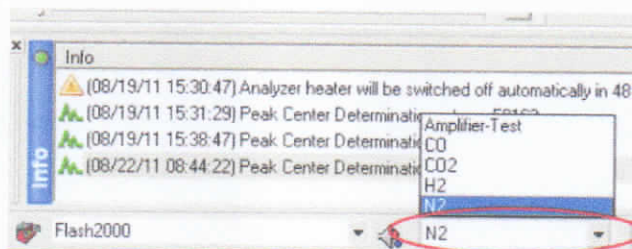


Gambar 8

Analit target	Massa target	Jenis Cup	Kriteria Keberterimaan
Argon (Ar)	40	C3	< 200 mV
Air (H ₂ O)	18	C3	< 2000 mV
Aksigen (O ₂)	32	C3	< 2000 mV
Nitrogen (N ₂)	28	C2	< 50 mV

- Catat nilai yang ditampilkan disamping massa 40 (mV)., lakukan juga untuk massa 18 dan 32. Massa 28 (N₂) dilakukan pada jenis cup C2.
 - Catat dalam log book dan/atau formulir indikator performa harian IRMS.
3. *Auto Focus*
- Tahap ini dilakukan untuk mengoptimalkan sensitivitas instrumen dengan cara melakukan tuning. Lakukan secara terpisah untuk setiap konfigurasi setiap gas.
 - Masuk pada jendela **"Isodat Acquisition"**, pastikan gas yang akan digunakan dalam posisi **ON** pada sudut kiri bagian bawah.

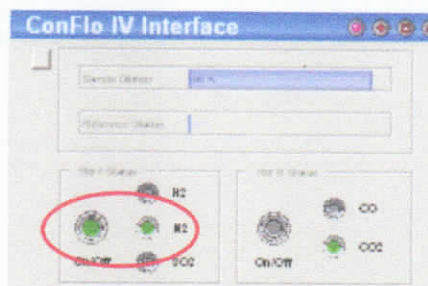
	PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA BADAN NARKOTIKA NASIONAL	INSTRUKSI KERJA LU-IKA 30	Tgl : 05-06-2026 Ed : 03 Rev : 00 Hal : 4 dari 16
		Prosedur Pengoperasian <i>Isotope Ratio Mass Spectra (IRMS)</i>	



Ensure that the gas is turned on in the 'Conflo IV interface'

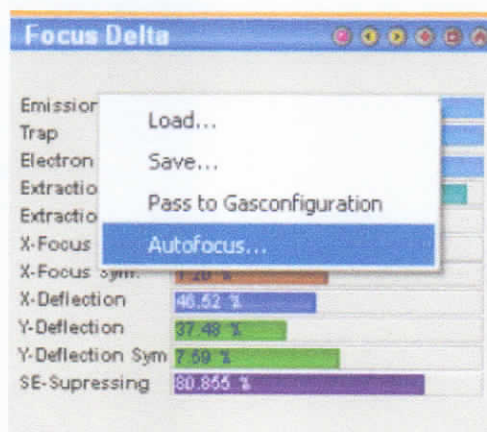
Gambar 9

- Pastikan gas yang dipilih dalam kondisi **ON** pada "**Conflo IV Interface**"



Gambar 10

- Pada panel **Focus Delta** (panel sebelah kiri) dan klik kanan dimanapun (asalkan berada pada bagian dalam panel) pilih "**Auto focus**".



Gambar 11

- Sensitivitas akan optimal, ditandai dengan munculnya notifikasi sebagai berikut :

Auto Focus finished. 4.4 mV Intensitiy Improvement.

- Klik kanan dan pilih "Pass to Gasconfiguration"

	PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA BADAN NARKOTIKA NASIONAL	INSTRUKSI KERJA LU-IKA 30 Prosedur Pengoperasian <i>Isotope Ratio Mass Spectra (IRMS)</i>	Tgl : 05-06-2026 Ed : 03 Rev : 00 Hal : 5 dari 16
---	---	--	--

- Lakukan 'Peak jump' (langkah lihat poin C. Peak Jump Test), kemudian lakukan proses yang sama untuk gas CO₂.
4. Peak Jump Test (Lakukan ketika lebih dari satu jenis isotope yang akan diidentifikasi)
- Langkah/tes ini diperlukan dilakukan setiap hari (menginstruksikan adanya jangkauan ketika terjadi pengalihan gas dari N₂ ke CO₂ (Flash EA) atau peralihan dari gas H₂ ke CO (TC/EA). Nilai perbedaan antar peralihan harus <1%.
 - Pastikan posisi gas peralihan ON pada Conflo. (Misal peralihan dari gas N₂ ke gas CO₂, pastikan port CO₂ ON).
 - Pada jendela Instrument Control, klik tombol Jump pada panel LH. Kemudian pilih 'Jump required', klik tanda 'tick'. Pilih 'Yes' (apakah akan menyimpan nilai yang baru?)
 - Catat nilai jump yang baru didalam folder performa harian.
5. Cek Kestabilan Sistem (Ketika akan digunakan)
- Digunakan untuk memastikan linieritas dan presisi system.
 - Pastikan mode yang akan digunakan ON di *option bar*, sudut kiri bagian bawah. Flash 2000 (flash EA) dan TC/EA
6. Membuat Sequence
- Buka jendela **Isodat Acquisition**, klik **New**, klik ikon **Sequence**, **OK**, **Key** pada no sampel yang dipilih.
 - Untuk membuka Sequence sebelumnya, @Isodat Acquisition, klik Sequences, kemudian double L-click pada sequence yang diinginkan.
 - Pada *sequence* tipe *Flash EA* dilakukan tes on/off dan tes linieritas : (Lihat Poin 2.C.7 dan 2.C.8)

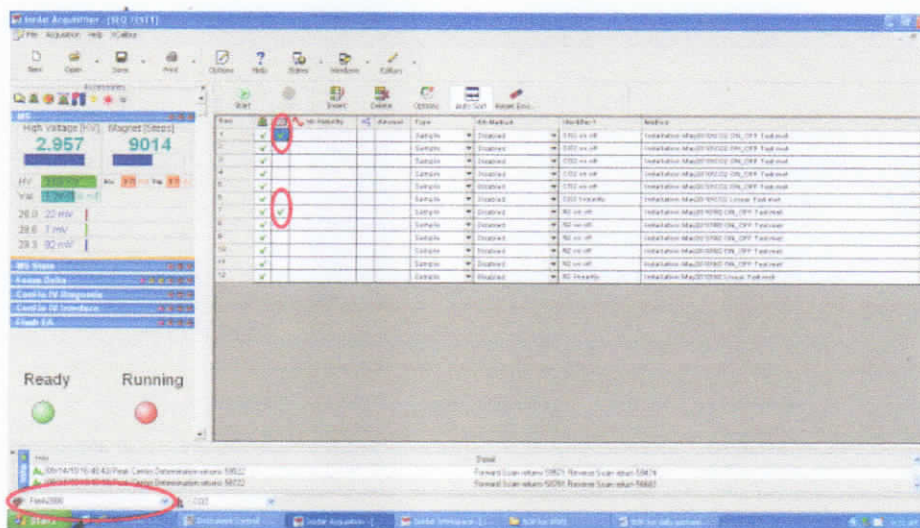


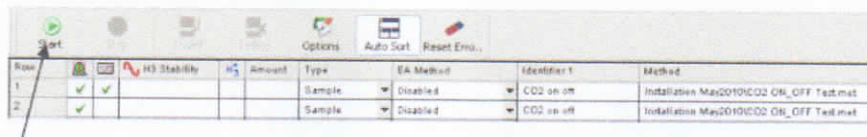
Fig.2: Typical sequence for daily performance check

Select Flash 2000 or TC/EA

Gambar 12

- Tanda lingkaran merah menandakan instrumen sedang melakukan tes/pemeriksaan dilusi gas. Hal ini perlu dilakukan jika silinder gas He baru saja diubah. Klik **START** untuk menjalankan *sequence*.

	PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA BADAN NARKOTIKA NASIONAL	INSTRUKSI KERJA LU-IKA 30	Tgl : 05-06-2026 Ed : 03 Rev : 00 Hal : 6 dari 16
		Prosedur Pengoperasian <i>Isotope Ratio Mass Spectra (IRMS)</i>	



Gambar 13

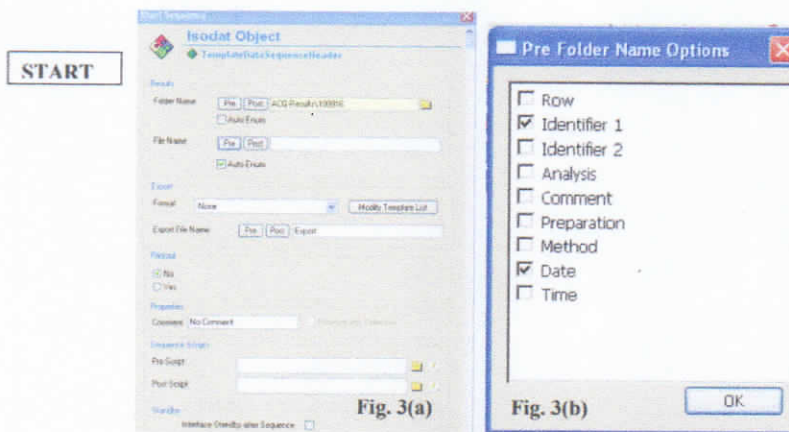


Fig.3: Creation of run (Top), saving of file (3a) and select folder name options (3b)

Gambar 14

- Ketika memilih tombol **START**, gambar 14 disebelah kiri/3(a) akan menghilang. Kemudian pilih **save** dalam folder ACQ Result dengan nama file 'tanggal' (YYMMDD).
 - Klik file name '**Pre**' dan ceklist/centang sesuai gambar 14 sebelah kanan /3(b).
7. ON/OFF Tes (tes zero-enrichment) – 5 kali
- Tes dilakukan seminggu sekali
 - Tujuan tes ini adalah untuk melakukan cek presisi masing-masing referensi gas. Tes terdiri dari 10 peak dari gas yang diukur sebagai nilai delta untuk masing-masing elemen, 15N/14N untuk N.
 - Tes standar on/off dilakukan 3-5 kali (seminggu sekali) untuk masing-masing elemen yang diinginkan/yang akan digunakandalam analisis menggunakan metode **default**.
- Nama metode :**
- C Installation \CO2 ON_OFF Test
 - N Installation \N2 ON_OFF Test
 - H Installation \H2 ON_OFF Test
 - O Installation \CO ON_OFF Test
- Cara Olah Data Hasil Tes ON/OFF
Buka jendela **Isodat Workspace**, klik '**Result**' pada file browser, pilih data yang akan diolah

	PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA BADAN NARKOTIKA NASIONAL	INSTRUKSI KERJA LU-ICA 30	Tgl : 05-06-2026 Ed : 03
		Prosedur Pengoperasian <i>Isotope Ratio Mass Spectra (IRMS)</i>	Rev : 00 Hal : 7 dari 16

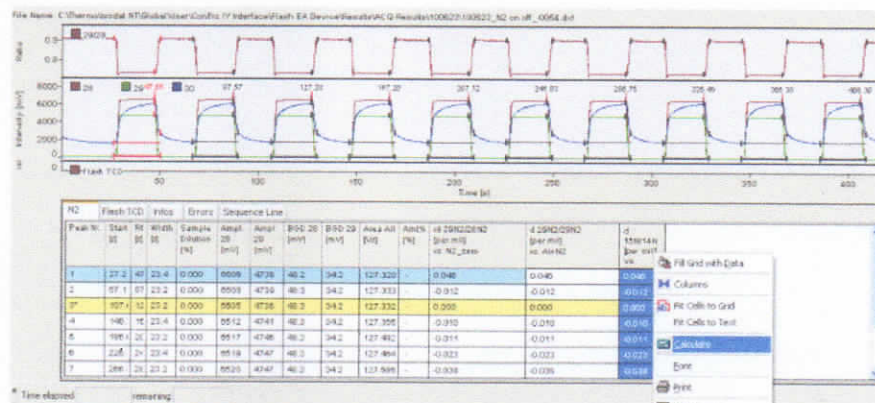


Figure 4: Calculation of Standard Deviation

Gambar 15

Klik kanan didalam kolom d15N/14N (untuk N, d13C/12C, d2H/1H, dan d18O/16O untuk C, H, dan O), kemudian klik **'Calculate'** seperti gambar diatas. Catat nilai SD pada file performa harian.

Acceptance Criteria on SD of each element	
C	< 0.06
N	< 0.05
H	< 1
O	< 0.10
S	< 0.05

8. Linieritas

- Tes dilakukan seminggu sekali atau ketika analisis dari elemen baru pada awal minggu akan mulai dilakukan.
- Tujuan tes ini adalah untuk melakukan cek bahwa ratio dari isotope adalah stabil terlepas dari bagaimana konsentrasi analit berubah.
- Tes linieritas dilakukan untuk elemen yang diinginkan/yang akan digunakan dalam analisis menggunakan metode **default**.

Nama metode :

- C Installation \CO2 Linear Test
- N Installation \N2 Linear Test
- H Installation \H2 Linear Test
- O Installation \CO Linear Test
- Cara Olah Data Hasil Tes Linieritas



INSTRUKSI KERJA LU-IKA 30

Prosedur Pengoperasian *Isotope Ratio Mass Spectra* (IRMS)

Tgl : 05-06-2026

Ed : 03

Rev : 00

Hal : 8 dari 16

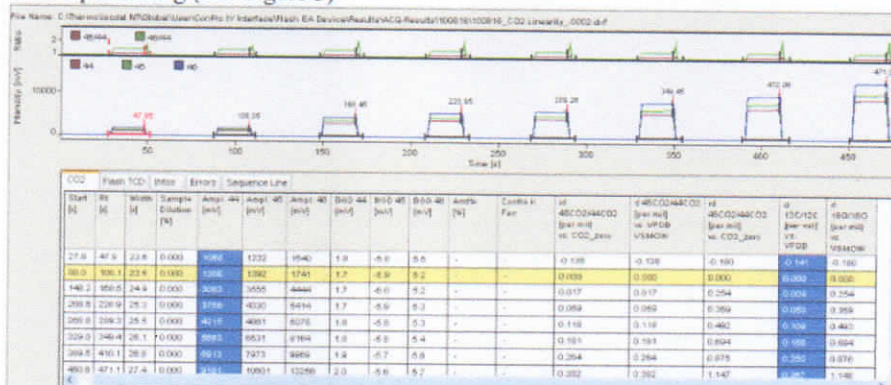
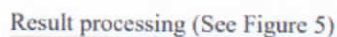


Figure 5: Voltage vs Delta Value

Gambar 16

Grafik nilai delta vs voltage (V) diplotkan ke file excel dan disimpan pada folder Dekstop\linearity check record. **Slope** dari grafik menunjukkan **nilai linieritas**, untuk nilai H tidak terlalu penting/diperhatikan karena nilai linieritasnya dihitung sebagai H3. Catat nilai **Slope** pada file performa harian.

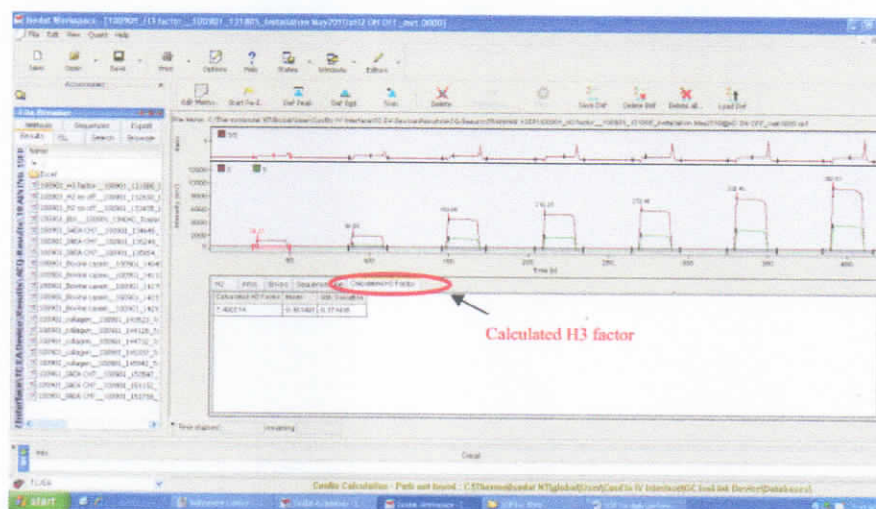


Figure 6: calculated H3 factor

Gambar 17

Typical slope for each element:

C	< 0.06
N	< 0.06
H	< 10
O	< 0.18
S	< 0.06

D. Mass Calibration

1. Buka **Isodat** dan pilih **Instrumen Control**
 2. Pilih **configuration** dan **gas configuration** yang akan dilakukan kalibrasi
- Contoh :

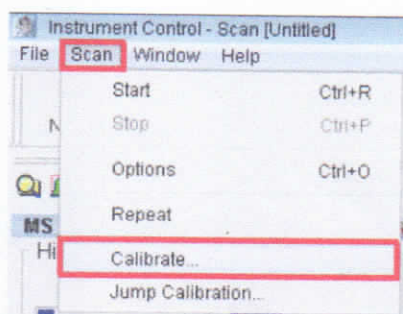
Dilarang menggandakan atau menyadur sebagian atau seluruh isi dokumen ini tanpa seizin Kepala Pusat Laboratorium Narkotika BNN

	PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA BADAN NARKOTIKA NASIONAL	INSTRUKSI KERJA LU-IKA 30	Tgl : 05-06-2026 Ed : 03 Rev : 00 Hal : 9 dari 16
		Prosedur Pengoperasian <i>Isotope Ratio Mass Spectra (IRMS)</i>	

ConFlo IV + Generic EA (HF I) CO2

Proses kalibrasi biasanya menggunakan gas CO2 sebagai referensi gas, akan tetapi bisa juga dilakukan menggunakan jenis gas yang lain. Apabila menggunakan gas lain sebagai referensi selain CO2, maka pastikan semua massa yang dihasilkan oleh gas tersebut diketahui pada *ion source*.

- Pilih **scan**, kemudian pilih **calibrate** (pastikan referensi gas terbuka) dan pilih **YES**.

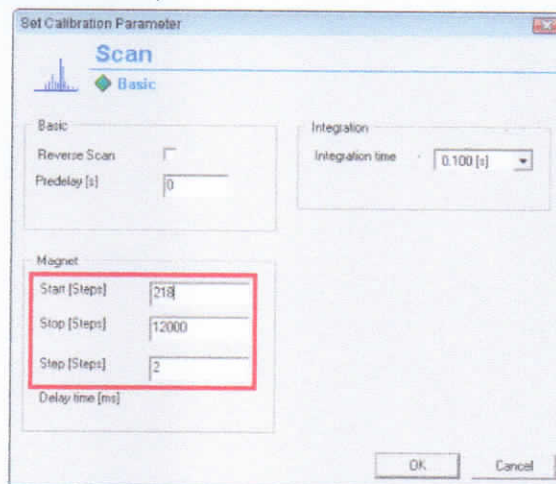


Gambar 18

Pada jendela '**Set Calibration Parameter**', pada bagian Magnet, isi :

Start (Steps) : 200
Stop (Steps) : 12500
Step (Steps) : 2

- Kemudian pilih **OK** (mass scan dimulai).



Gambar 20

- Tunggu hingga proses kalibrasi selesai :



**PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA
BADAN NARKOTIKA NASIONAL**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKA 30**

Prosedur Pengoperasian
*Isotope Ratio Mass Spectra
(IRMS)*

Tgl : 05-06-2026

Ed : 03

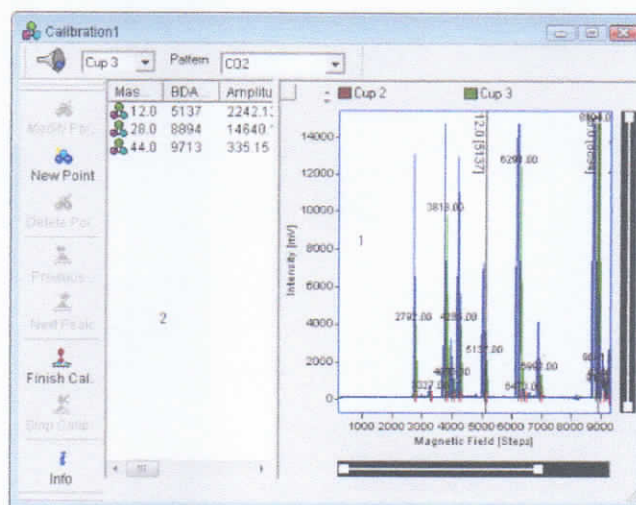
Rev : 00

Hal : 10 dari 16



Gambar 21

6. Klik tombol '**calibration**'



Gambar 22

Massa CO₂ adalah 44, 28, dan 12; Massa H₂O adalah 16, 17, 18 (sebelah kiri/area 2, Gambar 22)

7. Klik dimanapun dalam area kalibrasi untuk mengaktifkan area kalibrasi ini (sebelah kiri/area 2, Gambar 22).
8. Di atas area plot 1(sebelah kanan, Gambar 22), double klik Cup 3 untuk memilih cup tengah.
9. Klik tombol 'info' untuk memastikan massa konstan.



**PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA
BADAN NARKOTIKA NASIONAL**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKA 30**

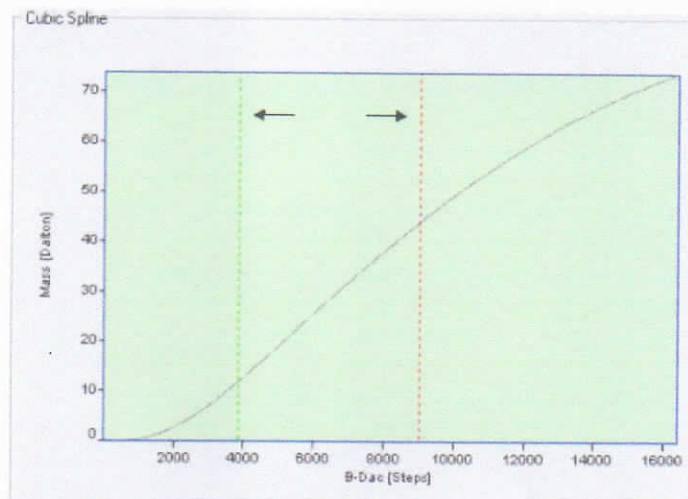
Prosedur Pengoperasian
*Isotope Ratio Mass Spectra
(IRMS)*

Tgl : 05-06-2026

Ed : 03

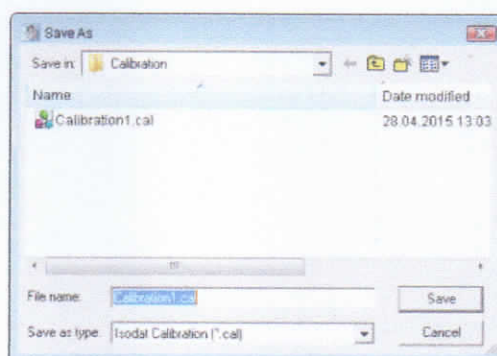
Rev : 00

Hal : 11 dari 16



Gambar. 23

10. Identifikasi massa 44, 28, dan 12 dalam area yang di-scan. Sesuaikan nilai dengan mengklik dan tahan (drag) kemudian lepaskan garis vertikal ke nilai yang benar.
11. Setelah selesai, klik 'finish Cal'
12. Proses kalibrasi membutuhkan waktu ± 15 menit.
13. Kemudian 'Save calibration'.
14. Ceklist 'Pass Calibration to The Current Gasconfiguration', enter 'calibration name', kemudian save (hasil kalibrasi akan tersimpan sebagai file 'Isodat Calibration')
15. Jendela save as akan muncul dan namai file hasil kalibrasi tersebut.
16. Klik 'save'.



Gambar 24

E. Olah Data Hasil Identifikasi

a. Export hasil dari Isodat Workspace ke file excel

- Buka jendela '**Isodat Workspace**', pada panel *file browser* LHS, klik tab **result**, pilih data yang akan dipilih untuk dilakukan proses olah data. klik kanan dan pilih '**Re-Process**'.



**PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA
BADAN NARKOTIKA NASIONAL**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKA 30**

Prosedur Pengoperasian
*Isotope Ratio Mass Spectra
(IRMS)*

Tgl : 05-06-2026

Ed : 03

Rev : 00

Hal : 12 dari 16

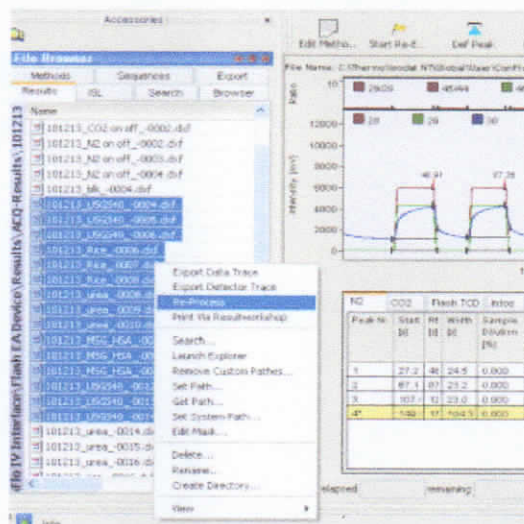


Figure 1

Gambar 25

- Akan muncul jendela baru (Gambar 26 sebelah kiri). Pada **'use method'** dan klik **edit**. Kemudian muncul jendela baru (Gambar 26 sebelah kanan), klik tab **'Evaluation@CO2'**. Pada **'Ref time'** ketik **460** dan **enter** (merupakan waktu puncak dari peak kedua gas referensi CO2), kemudian pilih **Ref Name CO2_1** (nilai gas yang digunakan sebagai referensi).

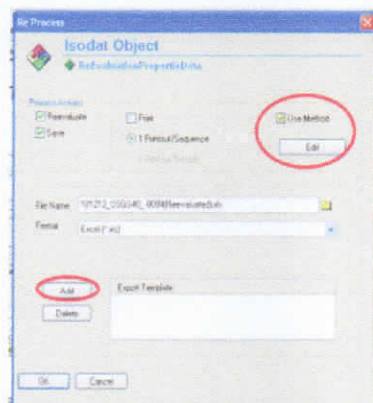


Figure 2

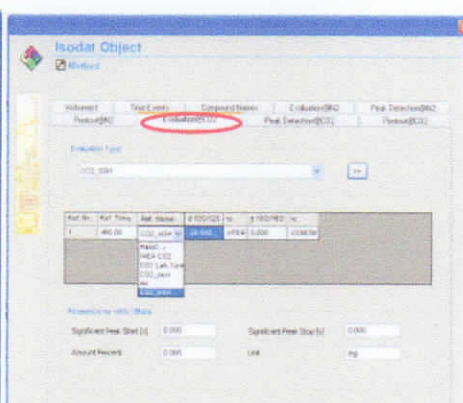


Figure 3

Gambar 26

- Klik tab **'Evaluation@N2'**. Pada **'Ref time'** ketik **120** dan **enter** (merupakan waktu puncak dari peak kedua gas referensi CO2), kemudian pilih **Ref Name N2_1** (nilai gas yang digunakan sebagai referensi), klik **OK**. (Gambar 27 sebelah kiri)

	PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA BADAN NARKOTIKA NASIONAL	INSTRUKSI KERJA LU-IKA 30	Tgl : 05-06-2026 Ed : 03 Rev : 00 Hal : 13 dari 16
		Prosedur Pengoperasian <i>Isotope Ratio Mass Spectra (IRMS)</i>	

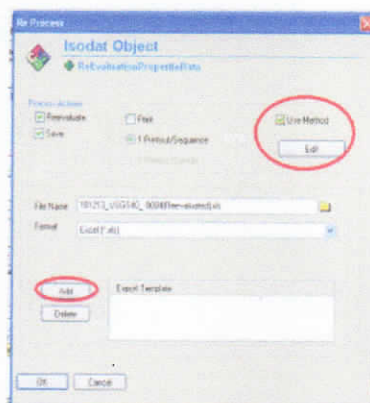


Figure 2

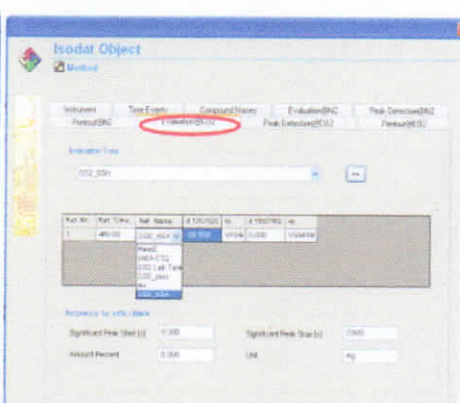


Figure 3

Gambar 27

- Untuk TC/EA, klik tab 'Evaluation@CO'. Pada 'Ref time' ketik 370 dan enter, kemudian pilih Ref NameCO_HSA. Klik tab 'Evaluation@H2'. Pada 'Ref time' ketik 70 dan enter kemudian pilih Ref NameH2_1 (selalu pastikan antara Ref time dengan spektrum telah sesuai, Ref time sesuai dengan peak kedua referensi gas yang dipakai).
- Klik 'Add' untuk memasukkan/menambah template. Untuk flash EA, pilih 'EA Install', kemudian open, OK untuk memulai proses olah data. Untuk TC/EA, template export 'TC_EA'.
- Setelah proses olah data selesai, klik kanan pada bagian panel sebelah kiri, pilih **"Launch Explorer"**.

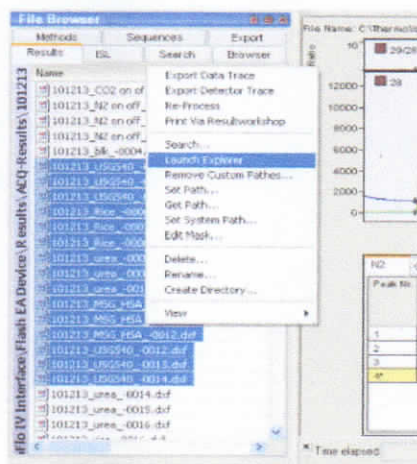


figure 4

Gambar 28

- Hasil proses olah data akan ditampilkan sebagai format excel.
- Untuk proses olah data selanjutnya menggunakan file excel, sebagai berikut :

b. Export hasil dari Isodat Workspace ke file excel
FLASH EA

- Buka file excel hasil olah data

Dilarang menggandakan atau menyadur sebagian atau seluruh isi dokumen ini tanpa seijin Kepala Pusat Laboratorium Narkotika BNN

	PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA BADAN NARKOTIKA NASIONAL	INSTRUKSI KERJA LU-IKA 30	Tgl : 05-06-2026 Ed : 03 Rev : 00 Hal : 14 dari 16
		Prosedur Pengoperasian <i>Isotope Ratio Mass Spectra (IRMS)</i>	

Row	Identifier I	Amount	Peak Nr	Area 28	d 15N/14N	Area All	Area 44	d 13C/12C	Ampl 28	Ampl 44
8	USGS40	0.829	4	82.891	-4.428	83.62			3790	
8	USGS40	0.829	5			140.922	138.73	-26.456		5523
9	USGS40	1.755	4	177.571	-4.453	179.16			8339	
9	USGS40	1.755	5			303.28	298.572	-26.211		11588

Gambar 29

- Peak 4 hasil proses olah data menunjukkan isotop N2 dan hasil peak kelima menunjukkan isotop CO2. Susun sehingga untuk N2 dan CO2 ditampilkan pada baris yang sama untuk sampel yang sama. Hapus baris dan kolom yang tidak diperlukan (area, peak Nr bisa dihapus) untuk mendapatkan hasil seperti Gambar 30.

Row	Identifier I	Amount	Area 28	d 15N/14N	Area 44	d 13C/12C	Ampl 28	Ampl 44
8	USGS40	0.829	82.891	-4.428	138.73	-26.456	3790	5523
9	USGS40	1.755	177.571	-4.453	298.572	-26.211	8339	11588

Gambar 30

- Olah masing-masing elemen secara terpisah, dimulai dengan N, sisipkan 2 kolom : 'diff d15N/14N' dan 'corrected d15N/14N'.

Row	Identifier I	Amount	Area 28	d 15N/14N	diff d 15N/14N	corrected d 15N/14N
8	USGS40	0.829	82.891	-4.428	0.072	-4.5
9	USGS40	1.755	177.571	-4.453	0.047	-4.5
10	USGS40	1.042	104.413	-4.492	0.008	-4.5
11	Rice	1.37	12.982	1.59	0.0308	1.5592
12	Rice	1.139	11.455	2.75	0.0248	2.7252
13	Rice	1.627	20.792	2.609	0.0188	2.5902
14	urea	0.564	284.114	-0.51	0.0128	-0.5228
15	urea	0.362	177.767	-0.493	0.0068	-0.4998
16	urea	0.275	135.021	-0.494	0.0008	-0.4948
17	MSG	1.505	118.355	-4.521	-0.0052	-4.5158
18	MSG	1.487	116.917	-4.475	-0.0112	-4.4638
19	MSG	1.226	96.109	-4.565	-0.0172	-4.5478
20	USGS40	1.111	111.036	-4.548	-0.048	-4.5
21	USGS40	1.594	160.628	-4.499	0.001	-4.5
22	USGS40	0.861	85.995	-4.536	-0.036	-4.5

Figure 6

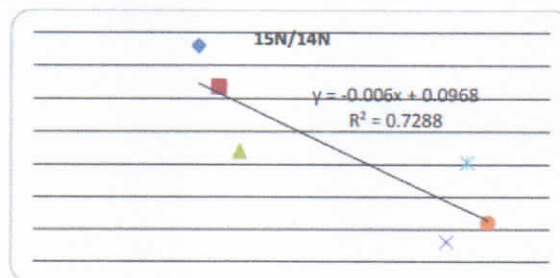
(a) $-4.428 - (-4.5)$

(b) $-0.006 \times 11 + 0.0968$

USGS40	15N	-4.5
	13C	-26.389

Gambar 31

- Sebagai contoh USG40 (Asam Glutamat) pada gambar di atas digunakan sebagai standar pada braket sampel (*highlight* kuning). Prinsipnya untuk membedakan antara nilai d15N/14N dari nilai aktual standar (contoh diatas adalah nilai -4.5). Seperti yang ditunjukkan figure 6, baris ke-8, 'diff d15N/14N' memberikan hasil -4.428-(-4.5) berdasarkan hasil perhitungan standar (hanya standar bukan sampel).
- Plot grafik standar 'diff d15N/14N' (y axis) vs no baris (x-axis).



Gambar 32

	PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA BADAN NARKOTIKA NASIONAL	INSTRUKSI KERJA LU-IKA 30	Tgl : 05-06-2026 Ed : 03 Rev : 00 Hal : 15 dari 16
		Prosedur Pengoperasian <i>Isotope Ratio Mass Spectra (IRMS)</i>	

- Persamaan garis $y = -0.006x + 0.0968$ dapat diaplikasikan dalam penentuan diff d15N/14N dari sampel. Contoh baris ke-11 untuk sampel 'rice' dan hasil perhitungan untuk nilai d15N/14N. d15N/14N yang tepat dihasilkan berdasarkan perhitungan :

'd15N/14N' - 'diff d15N/14N'

- Hasil terlampir (Gambar 31).

TC/EA

- Proses olah data hasil pada TC/EA sama seperti pada Flash EA, kecuali peak angka yang digunakan dalam file-exel berbeda. Peak 4 merupakan H₂, sedangkan pek 6 merupakan CO.
- Standar referensi/baku yang digunakan untuk H adalah IAEA-CH7 (*polyethylene film*) dan untuk O adalah IAEA-602 (Asama Benzoat).

F. Pengaturan Flash EA ketika sedang tidak digunakan

- Pengaturan metode Flash ketika menjalankan/running sampel :

- Left furnace (oxidation)* : 1020°C
- Right furnace (reduction)* : 650°C
- Carrier flow* : 100 mL/min
- Reference flow* : 250 mL/min

- Pengaturan pada saat kondisi standby :

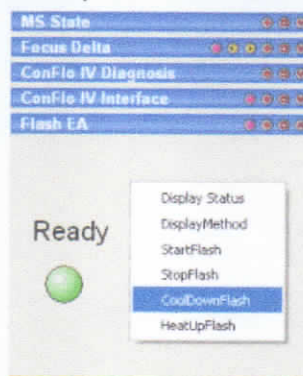
Atur Flash EA pad kondisi *standby* ketika instrument tidak akan digunakan untuk waktu yang tidak ditentukan/dalam beberapa waktu (> 1 minggu) :

- Pada panel sebelah kiri, klik kanan didalam box Flash EA dan pilih '**edit method**'.
- Periksa pada box '**set to standby**', kemudian klik '**send**'.
- Untuk mengembalikan ke tidak standby, unceklist '**set to standby**', , kemudian klik '**send**'.

- Pengaturan Mode "Saving Gas"

Pengaturan Mode 'saving gas' akan mengurangi aliran gas ketika instrument sedang tidak digunakan, akan tetapi tanpa secara manual mengatur pada kondisi *standby* :

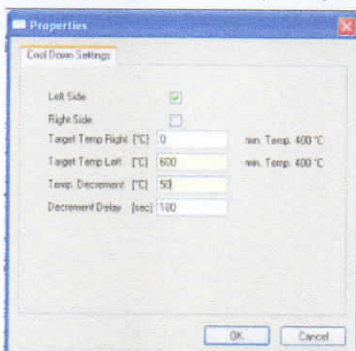
- Pada panel sebelah kiri, klik kanan didalam box flashEA, pilih '**display method**'.
- Pengaturan di bawah tab 'carrier' :
Carrier flow : 80 mL/min
Reference flow : 80 mL/min
Klik '**send**'.
- Klik kanan didalam box flashEA dan pilih '**cooldownflash**'.



Gambar 33

	PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA BADAN NARKOTIKA NASIONAL	INSTRUKSI KERJA LU-IKA 30	Tgl : 05-06-2026 Ed : 03 Rev : 00 Hal : 16 dari 16
		Prosedur Pengoperasian <i>Isotope Ratio Mass Spectra (IRMS)</i>	

- Pada tampilan box properties yang muncul, pilih pengaturan sebagai berikut:



Gambar 34

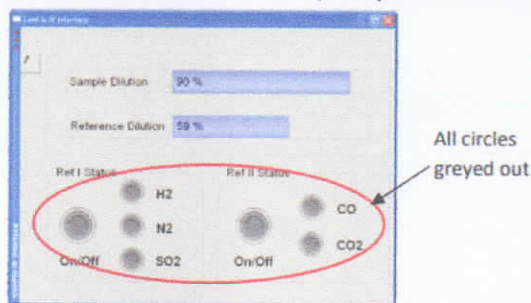
Left furnace (oxidation) : 600°C

Right furnace (reduction) : 650°C

Decrement rate dan delay dilakukan agar proses pendinginan tidak terlalu cepat (dapat memecahkan kolom).

4. Pengaturan Gas Lain

Pastikan bahwa semua gas dalam posisi OFF (cek pada Conflo IV Interface) :



Gambar 35

G. Mematikan *Flash EA-IRMS*

1. Matikan Ion source/filament pada IRMS
2. Matikan reactor Ion Source
3. Turunkan suhu secara bertahap (kelipatan 200°C) hingga suhu 400°C.
4. Uncheck temperature, oven, flow carrier, reference gas, dan detector TCD.
5. Setelah suhu di bawah 80°C
Untuk mematikan IRMS nya :
 - Tutup *needle valve* IRMS (pastikan nilai vacuum (<2,0 e-007 mBar)
 - Jika menggunakan EA pastikan mengikuti langkah-langkah mematikan Flash EA mulai dari poin 1 hingga poin 10
6. Tekan tombol pump pada IRMS.
7. Tunggu sampai bunyi vacuum berhenti seperti bunyi pesawat.
8. EA dan PC dimatikan lebih dulu.
9. Matikan IRMS dari knob di belakang alat.
10. Matikan magnetik kontaktor.
11. Tutup semua gas dari tabungnya.
12. Tutup volume gas (yang ada di belakang alat).
13. Turunkan panel listrik IRMS