

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.AI Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 1 dari 7
CARA UJI KADAR Hg DALAM AIR DAN AIR LIMBAH SECARA SSA-UAP DINGIN ATAU MERCURY ANALYZER		

Disetujui oleh :



Kepala Seksi SS

Diajukan oleh :



Penyelia

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.AI Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 2 dari 7
CARA UJI KADAR Hg DALAM AIR DAN AIR LIMBAH SECARA SSA-UAP DINGIN ATAU MERCURY ANALYZER		

1. Prinsip

ion Hg 2+ akan direduksi oleh Sn 2+ menjadi Hg. Selanjutnya atom tersebut akan dianalisis kuantitatif secara Spektrofotometri Serapan Atom-uap dingin atau Mercury Analyzer pada panjang gelombang 253,7 nm.

2. Pereaksi

- a.air bebas mineral;
- b.asam nitrat (HNO₃) p.a;
- c.larutan Induk logam raksa (Hg) 1000 mg/L;
- d.larutan baku logam raksa (Hg) 100 mg/L;
- e.Pipet 10 mL larutan induk Hg 1000 mg/L, encerkan dengan air bebas mineral hingga 100 mL dalam labu ukur (1 mL=100 µg Hg).
- f.larutan pengencer HNO₃ 0,05 M;
- g.Larutkan 1,5 mL HNO₃ pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala.
- h.larutan pencuci HNO₃ 5 % (v/v);
- i.Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral dalam gelas piala 1000 mL, lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.
- j.gas argon HP;
- k.larutan kalium permanganat (KMnO₄);
- l.Larutkan 50 g KMnO₄ ke dalam 1 L air bebas mineral;
- m.larutan kalium persulfat
- n.Larutkan 50 g K₂S₂O₈ (kalium persulfat) ke dalam 1 L air bebas mineral.
- o.larutan hidroksilamin sulfat-natrium klorida
- p.Larutkan 120 g NaCl dan 120 g hidroksilamin sulfat [(NH₂OH)₂H₂SO₄] ke dalam 1 L
- q.air bebas mineral.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.AI Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 3 dari 7
CARA UJI KADAR Hg DALAM AIR DAN AIR LIMBAH SECARA SSA-UAP DINGIN ATAU MERCURY ANALYZER		

CATATAN Hidroksilamin sulfat $[(\text{NH}_2\text{OH})_2\text{H}_2\text{SO}_4]$ dapat diganti dengan 100 g hidroksilamin hidroklorida $[\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}]$.

- r.larutan timah (II) klorida (SnCl_2);
- s.Larutkan 10 g SnCl_2 dalam air yang sudah ditambah 20 mL HCl pekat kemudian tambahkan air bebas mineral sampai volume 100 mL.
- t.asam sulfat (H_2SO_4) pa;
- u.asam klorida pekat (HCl); dan
- v.bahan penyerap uap air, misalnya silika gel.Air suling bebas karbon;

3. Peralatan

- a.SSA-Mercury Analyzer
- b.gelas piala 100 mL; 250 mL dan 1000 mL;
- c.pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 25,0 mL; 50,0 mL dan 100,0 mL;
- d.labu ukur 50,0 mL dan 100,0 mL;
- e.Erlenmeyer 250 Ml;
- f.corong gelas;
- g.kaca arloji;
- h.penangas air;
- i.seperangkat alat saring vakum;
- j.saringan membran dengan ukuran pori $0,45 \mu\text{m}$; dan
- k.labu semprot

4. Persiapan dan Pengawetan Contoh Uji

Bila contoh uji tidak dapat segera dianalisis,

Wadah : Botol plastik (polyethylene) atau botol gelas yang sudah

dibilas dengan HNO_3 1:1

Pengawet : asamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil atau sama

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.AI Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 4 dari 7
CARA UJI KADAR Hg DALAM AIR DAN AIR LIMBAH SECARA SSA-UAP DINGIN ATAU MERCURY ANALYZER		

dengan 2

Lama Penyimpanan : Botol Plastik 14 hari atau botol gelas 30 hari
Kondisi Penyimpanan : $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$

5. Persiapan Pengujian

a.Pembuatan larutan baku logam raksa 10 mg/L

1. pipet 10 mL larutan baku raksa 100 mg Hg /L ke dalam labu ukur 100 mL;
2. tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

b.Pembuatan larutan baku logam raksa 1,0 mg/L

1. pipet 10 mL larutan baku raksa, 10 mg Hg /L ke dalam labu ukur 100 mL;
2. tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

c.Pembuatan larutan baku logam raksa 0,1 mg/L

1. pipet 10 mL larutan baku raksa 1,0 mg Hg /L ke dalam labu ukur 100 mL;
2. tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera

d.Pembuatan larutan kerja

Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda dalam labu ukur 100,0 mL secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran. Larutan kerja ini dibuat setiap akan digunakan.

6. Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran contoh uji

1. Preparasi larutan kerja raksa dan pembuatan kurva kalibrasi

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.AI Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 5 dari 7
CARA UJI KADAR Hg DALAM AIR DAN AIR LIMBAH SECARA SSA-UAP DINGIN ATAU MERCURY ANALYZER		

- a. masukkan 100 mL blanko dan 3 larutan standar kerja ke dalam masing-masing Erlenmeyer 250 mL;
- b. tambahkan 5 mL H₂SO₄ pekat dan 2,5 mL HNO₃ pekat kepada masing-masing Erlenmeyer;
- c. tambahkan 15 mL larutan KMnO₄ dan tunggu sampai 15 menit (bila warna ungu hilang
- d. tambahkan lagi KMnO₄ sampai warna ungu tidak hilang);
- e. tambahkan 8 mL K₂S₂O₈ dan panaskan dalam penangas air selama 2 jam pada suhu 95°C;
- f. dinginkan sampai suhu kamar;
- g. tambahkan secukupnya larutan hidroksilamin-NaCl untuk mereduksi kelebihan KMnO₄ ;
- h. tambahkan 5 mL SnCl₂, dan segera diukur serapannya menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom uap dingin atau Mercury Analyzer yang sudah dioptimasikan sesuai petunjuk alat;

CATATAN Penambahan SnCl₂ akan menghasilkan atom Hg o yang mudah menguap sehingga harus segera ditutup

- i. buat kurva kalibrasi dan tentukan persamaan garis lurusnya; jika lineritas kurva kalibrasi (r) lebih kecil dari 0,995 periksa kondisi alat dan ulangi langkah 1 a) sampai h). Hingga di dapat nilai r lebih besar atau sama dengan 0,995.

2. Pengukuran contoh uji

masukkan 100 mL contoh uji atau contoh uji yang sudah diencerkan dan berada dalam rentang pengukuran ke dalam Erlenmeyer 250 mL; lakukan langkah 1.b) sampai g).

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.AI Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 6 dari 7
CARA UJI KADAR Hg DALAM AIR DAN AIR LIMBAH SECARA SSA-UAP DINGIN ATAU MERCURY ANALYZER		

7. Perhitungan

Kadar logam raksa (Hg) Hg ($\mu\text{g}/\text{L}$) = C x fp

Keterangan:

C adalah kadar raksa (Hg) yang didapat hasil pengukuran, dinyatakan dalam ($\mu\text{g}/\text{L}$);

fp adalah faktor pengenceran.

8. Pengendalian Mutu

- a) Gunakan bahan kimia berkualitas murni (pa).
- b) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- e) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- f) Lakukan Instrument Perfomance Check (IPC) dengan maksimum deviasi sebesar 10%.
- g) Perhitungan koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- i) Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5 % - 10 % per batch atau satu jika jumlah contoh uji kurang dari 10.
- j) Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5 % - 10 % per batch atau satu jika jumlah contoh uji kurang dari 10. Jika Deviasi Persen Relatif (RPD) sama dengan 20 % maka dilakukan pengukuran ketiga.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.AI Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 7 dari 7
CARA UJI KADAR Hg DALAM AIR DAN AIR LIMBAH SECARA SSA-UAP DINGIN ATAU MERCURY ANALYZER		

k) Lakukan kontrol akurasi dengan spike matrix atau salah satu standar kerja dengan

frekuensi 5 % - 10 % per batch atau satu jika jumlah contoh uji kurang dari 10. Kisaran

persen temu balik untuk spike matrix adalah 70 % -130 % dan untuk standar kerja 85 %- 115 %.

9. Acuan

SNI 6989.78:2011