

LABORATORIUM
BALAI RISET DAN STANDARDISASI
INDUSTRI PALEMBANG

INSTRUKSI KERJA

Nomor : IK-LAB-5.4.1.14I
Revisi/ Edisi : 0/7
Tanggal Terbit : 01 April 2019
Halaman : 1 dari 4

CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) PADA PUPUK NPK PADAT

Disetujui oleh :



Kepala Seksi SS

Diajukan oleh :



Penyelia

CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) PADA PUPUK NPK PADAT

A. Prinsip

Analisis timbal dengan spektrofotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 283,3 nm.

B. Peralatan

1. SSA
2. *Hollow Cathode Lamp Pb*
3. Pipet Volume 25 mL
4. Buret
5. Labu takar 50 ml, 100 ml
6. Corong gelas
7. Pemanas listrik
8. Kertas saring whatman 40 dengan ukuran pori \varnothing 0,42 μm
9. Labu semprot

C. Bahan

1. Air suling
2. Asam nitrat, HNO_3 p
3. Asam klorida, HCl p
4. Larutan standard logam Pb
5. Gas asetilen
6. Air pengencer

Tambahkan HNO_3 pekat ke dalam air suling sampai pH 2.

D. Prosedur Kerja

1. Penyiapan Contoh Uji

Siapkan contoh uji sebanyak \geq 225 gr. Haluskan contoh uji sampai semua contoh sebanyak \geq 225 gr lolos ayakan dengan ayakan :

- a. Diameter lubang 0,841 mm (mesh 20) untuk pupuk campuran atau bahan pupuk yang mudah menyerap air/ lembab.
 - b. Diameter lubang 0,42 mm (mesh 40) untuk pupuk campuran atau bahan pupuk yang tidak mudah menyerap air/ mudah diayak/ kering.
2. Pembuatan larutan baku logam Pb 100 mg/l
 - a. Pipet 5 ml larutan induk logam Pb 1000mg/l ke dalam labu takar 50 ml.
 - b. Tambahkan air pengencer sampai tepat tanda tera.

CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) PADA PUPUK NPK PADAT

3. Pembuatan larutan baku logam Pb 10 mg/l
 - a. Pipet 5 ml larutan induk logam Pb 100mg/l ke dalam labu takar 50 ml.
 - b. Tambahkan air pengencer sampai tepat tanda tera.
4. Pembuatan larutan kerja logam Pb
Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.
5. Persiapan contoh uji
 - a. Pupuk organik dan Rock fosfat
 - 1) Timbang contoh (1-5) gram ke dalam gelas piala.
 - 2) Tambahkan lebih kurang 30 mL HCl pekat dan 10 mL HNO₃ pekat.
 - 3) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai.
 - 4) Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit di atas pemanas.
 - 5) Buka kaca arloji, evaporasi larutan hingga hampir kering .
 - 6) Tambahkan sejumlah kecil HCl, ulangi evaporasi hingga kering dan biarkan dingin.
 - 7) Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1:5).
 - 8) Panaskan hingga larut semua dan dinginkan.
 - 9) Pindahkan ke labu 100 mL sambil dibilas dengan air suling dan tera.
 - 10) Saring bila dianggap perlu.
 - 11) Larutan siap diukur dengan SSA.
 - b. Pupuk yang mengandung zat organik
 - 1) Timbang (2-5) gram contoh ke dalam gelas piala.
 - 2) Tambahkan lebih kurang 30 mL HNO₃ pekat.
 - 3) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Bila timbul busa hentikan pemanasan, biarkan dingin semalam kemudian tambahkan 30-50 mL campuran HClO₄-HNO₃.
 - 4) Panaskan kembali tanpa kaca arloji penutup hingga uap asam terevaporasi. Bila sudah muncul uap putih, tutup kembali dengan kaca arloji dan panaskan min. 10 mnt hingga larut sempurna sambil sewaktu waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut.
 - 5) Bila destruksi zat organik masih belum sempurna, tambahkan sedikit lagi HNO₃ dan panaskan kembali hingga larut sempurna.
 - 6) Buka kaca arloji, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
 - 7) Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1:5), panaskan hingga larut semua dan dinginkan.

CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) PADA PUPUK NPK PADAT

- 8) Pindahkan ke labu 100 mL sambil dibilas dengan air suling dan tera.
- 9) Saring bila dianggap perlu.
- 10) Larutan siap diukur dengan SSA.

6. Pembuatan kurva kalibrasi

1. Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat.
2. Ukur absorban masing-masing larutan kerja yang telah dibuat .
3. Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi dan lanjutkan dengan pengukuran contoh uji.

E. Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Logam Pb (mg/L)} = \frac{C \times f_p}{w}$$

Keterangan :

C = konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L)

Fp = faktor pengenceran

w = bobot contoh

F. Dokumen Acuan

SNI 2803: 2012

G. Dokumen Terkait

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian