

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1R Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 1 dari 5
CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) TOTAL DAN TIMBAL TERLARUT SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM NYALA PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

Disetujui oleh :



Kepala Seksi SS

Diajukan oleh :



Penyelia

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1R Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 2 dari 5
CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) TOTAL DAN TIMBAL TERLARUT SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM NYALA PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

A. Prinsip

Analit logam timbal dalam nyala udara-asetilen diubah menjadi bentuk atomnya, menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan kadar analit.

B. Bahan

1. Larutan Standar Logam Pb 1000 mg/L
2. Asam Nitrat, HNO_3
3. Gas Asetilen
4. Air Bebas Minera;
5. Larutan Pengencer , HNO_3 0,05 M

Tambahkan 50 mL HNO_3 pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral, tepatkan 1000 mL, homogenkan

6. Udara tekan dari kompresor

C. Peralatan

1. SSA
2. *Hollow Cathode Lamp Pb*
3. Piala Gelas 100 mL
4. Pipet Ukur
5. Buret
6. Labu Takar 50 mL dan 100 mL
7. Corong Gelas
8. Pemanas Listrik
9. Kertas Saring mebran dengan ukuran 0,45 μm
10. Seperangkat alat saring vakum
11. Labu Semprot

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1R Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 3 dari 5
CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) TOTAL DAN TIMBAL TERLARUT SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM NYALA PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

D. Prosedur Kerja

1. Pengawetan Contoh Uji

Bila contoh uji tidak segera dianalisis, maka contoh uji diawetkan dengan cara

wadah : botol poli etilen plastik atau gelas

pengawet : a. untuk logam terlarut, saring dengan saringan membran 0,45 μm dan diasamkan dengan HNO_3 sampai dengan $\text{pH}<2$
b. untuk logam total, asamkan dengan HNO_3 hingga $\text{pH}<2$

lama penyimpanan : 6 bulan

kondisi penyimpanan : suhu ruang

2. Persiapan contoh uji timbal terlarut

Siapkan contoh yang telah disaring dengan saringan membran 0,45 μm dan telah diasamkan dengan HNO_3 sampai $\text{pH}<2$

3. Persiapan contoh uji timbal total

a. homogenkan contoh uji, pipet 50 mL masukkan ke dalam piala gelas 100 mL

b. tambahkan 5 mL HNO_3 pekat, tutup dengan kaca arloji, panaskan perlahan sampai volume tinggal 20 mL

c. Jika destruksi tidak sempurna (tidak jernih) maka tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat dan panaskan lagi, Lakukan berulang sampai endapan dalam contoh uji menjadi agak putih dan contoh uji jernih.

d. Bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala

e. Pindahkan contoh dalam labu 50 mL, saring jika perlu, tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera dan homogenkan

4. Pembuatan Larutan Baku Logam Timbal, Pb 100 mg/L

a. Pipet 5 mL larutan induk logam Pb 1000 mg/L ke dalam labu takar 50 mL.

b. Tambahkan dengan air pengencer sampai tepat tanda tera.

5. Pembuatan Larutan Kerja Logam Timbal, Pb

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1R Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 4 dari 5
CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) TOTAL DAN TIMBAL TERLARUT SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM NYALA PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

Buat deret larutan kerja dengan 1 blanko dan minimal 3 kadar berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran

6. Pembuatan Kurva Kalibrasi

- a. Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat dengan uji sensitivitas
- b. Ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 283,3 nm.
- c. Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi dan lanjutkan dengan pengukuran contoh uji.

7. Pengujian contoh

- a. Aspirasikan contoh ke dalam SSA dan ukur serapannya pada panjang gelombang 283,3 nm. Bila diperlukan lakukan pengenceran.
- b. Catat hasil pengukuran

E. Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Logam Timbal, Pb (mg/L)} = C \times F_p$$

Keterangan :

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

F_p = Faktor pengenceran

F. Pengendalian Mutu

1. Gunakan bahan kimia pro analisis
2. Gunakan alat gelas bebas kontaminasi
3. Gunakan alat ukur terkalibrasi
4. Dikerjakan oleh analis yang kompeten
5. Lakukan dalam jangka waktu yang tidak melampaui batas waktu penyimpanan maksimum
6. Perhitungan koefisien regresi linear lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersep lebih kecil dari batas deteksi
7. Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5-10% dalam satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1R Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 5 dari 5
CARA UJI KADAR TIMBAL (Pb) TOTAL DAN TIMBAL TERLARUT SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM NYALA PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

8. Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5-10% dalam satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jka perbedaan RPD sama dengan 10 % dilakukan pengukuran ketiga
9. Lakukan kontrol akurasi dengan spike matriks atau dengan salah satu standard kerja dengan frekuensi 5-10% dalam satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh kurang dari 10. Kisaran temu balik untuk spike matiks adalah 85-115% untuk standard kerja 90-110 %

G. Dokumen Acuan

SNI 6989.8-2009

H. Dokumen Terkait

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian