

**INSTRUKSI KERJA
PRANATA LITBANG**

LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI



**PENENTUAN LOGAM TIMBAL (Pb)
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-07
Edisi : I
Revisi : 0
Tanggal : 15 April 2019
Halaman : 1 dari 6

1. Tujuan

Untuk menyediakan metode penentuan logam timbal (Pb) dalam air menggunakan AAS

2. Ruang Lingkup

Meliputi penentuan logam timbal (Pb) dalam air dan air limbah secara spektrofotometri serapan atom (SSA) secara tungku karbon pada kisaran kadar Pb 5 µg/L sampai dengan 100 µg/L dan panjang gelombang 283,8 nm.

3. Acuan

- PR. 5.10-01 : Pemilihan Metode Uji dan Verifikasinya
- SNI 6989.46 : 2009, Air dan Air limbah - Bagian 46 : Cara uji kadar timbal (Pb) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) - tungku karbon

4. Definisi

-

5. Langkah Pelaksanaan

A. Persiapan dan pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

- a. Wadah : Botol plastik (polyethylene) atau botol gelas
- b. Pengawet : Untuk logam terlarut, saring dengan saringan membran berpori 0,45 µm dan diasamkan dengan HNO₃ hingga pH < 2. Untuk logam total, asamkan dengan HNO₃ hingga pH < 2.
- c. Lama Penyimpanan : 6 bulan
- d. Kondisi penyimpanan : Suhu ruang

B. Peralatan dan Bahan

- a. Peralatan
 - Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) tungku karbon;

**INSTRUKSI KERJA
PRANATA LITBANG**

LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI



**PENENTUAN LOGAM TIMBAL (Pb)
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-07
Edisi : I
Revisi : 0
Tanggal : 15 April 2019
Halaman : 2 dari 6

- Lampu katoda berongga (Hollow Cathode Lamp, HCL) timbal;
- Gelas piala 100 mL;
- Pipet volumetrik 1 mL; 2 mL; 5 mL; 8 mL dan 10 mL;
- Labu ukur 50 mL; 100 mL; 1000 mL;
- Erlenmeyer 100 mL;
- Corong gelas;
- Kaca arloji;
- Pemanas listrik;
- Seperangkat alat saring vakum
- Saringan membran dengan ukuran pori 0,45 μm ;
- Timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g; dan
- Labu semprot.

b. Bahan Kimia

- Air bebas mineral
- Asam nitrat (HNO_3) pekat p.a
- Larutan induk timbal (Pb) 1000 mg/L
- Gas argon
- Udara tekan.

C. Pembuatan Bahan Penunjang Uji

a. Pembuatan larutan baku logam timbal, Pb 100 mg/L

- Pipet 10 mL larutan standar timbal, Pb 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL.
- Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan.

b. Pembuatan larutan baku logam timbal, Pb 10 mg/L

**INSTRUKSI KERJA
PRANATA LITBANG**

LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI



**PENENTUAN LOGAM TIMBAL (Pb)
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-07
Edisi : I
Revisi : 0
Tanggal : 15 April 2019
Halaman : 3 dari 6

- Pipet 10 mL larutan standar timbal, Pb 100 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL.
 - Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan.
- c. Pembuatan larutan baku logam timbal, Pb 1 mg/L
- Pipet 10 mL larutan standar timbal, Pb 10 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL.
 - Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan.
- d. Pembuatan larutan kerja logam timbal, Pb
1. Pipet 0 mL; 1 mL; 2 mL; 5 mL; 8 mL dan 10 mL larutan baku timbal 1 mg/L dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL
 2. Tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh kadar timbal 0, 10, 20, 50, 80 dan 100 $\mu\text{g/L}$.

D. Persiapan pengujian kadar timbal (Pb) dalam air

- a. Persiapan contoh uji timbal terlarut (Untuk Sampel Badan Air Penerima dan Air Bersih)
- Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan membran berpori 0,45 μm dan diawetkan. Contoh uji siap diukur.
- b. Persiapan Contoh uji timbal total (Untuk Sampel Air Limbah)
- Siapkan contoh uji untuk pengujian timbal total, dengan tahapan sebagai berikut:
- Homogenkan contoh uji, pipet 50 mL ke dalam gelas piala 100 mL atau erlenmeyer 100 mL
 - Tambahkan 5 mL HNO_3 pekat, bila menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji dan bila dengan erlenmeyer gunakan corong sebagai penutup
 - Panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL - 20 mL
 - Jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka tambahkan lagi 5 mL

**INSTRUKSI KERJA
PRANATA LITBANG**

LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI



**PENENTUAN LOGAM TIMBAL (Pb)
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-07
Edisi : I
Revisi : 0
Tanggal : 15 April 2019
Halaman : 4 dari 6

HNO₃ pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup erlenmeyer dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji jernih.

- Tambah lagi 2 mL HNO₃ pekat dan panaskan kira-kira 10 menit
- Bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala
- Pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50 mL (saring bila perlu) dan tambahkan air bebas mineral sampai tanda tera dan homogenkan.
- Contoh uji siap diukur serapannya.

E. Pembuatan kurva kalibrasi dan Pengukuran contoh uji

a. Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

1. Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran timbal
2. Suntikkan larutan kerja ke dalam tungku karbon dan panaskan tungku karbon, kemudian catat serapannya. Ulangi hal yang sama untuk larutan kerja lainnya
3. Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis lurusnya.
4. Jika koefisien korelasi regresi linier (r) < 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada 2) sampai 3) hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$

b. Pengukuran contoh uji

Uji kadar timbal dengan tahapan sebagai berikut:

- Suntikkan contoh uji ke dalam tungku karbon alat SSA dan panaskan tungku karbon
- Catat hasil pengukuran

**INSTRUKSI KERJA
PRANATA LITBANG**

LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI



**PENENTUAN LOGAM TIMBAL (Pb)
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-07
Edisi : I
Revisi : 0
Tanggal : 15 April 2019
Halaman : 5 dari 6

F. Perhitungan

Konsentrasi logam timbal (Pb) dihitung sebagai berikut:

$$Pb (\mu\text{g/L}) = C \times fp$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi yang didapat hasil pengukuran ($\mu\text{g/L}$);

fp adalah faktor pengenceran.

G. Pengendalian Mutu

- a. Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum
- b. Koefisien korelasi regresi linier (r) $\geq 0,95$ dengan intersepsi \leq batas deteksi
- c. Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5%-10% per batch (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji < 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- d. Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji < 10 sebagai kontrol ketelitian analisis.
- e. Jika Perbedaan Persen Relatif (Relative Percent Difference, RPD) lebih besar dari 10% maka dilakukan pengukuran selanjutnya hingga diperoleh nilai RPD kurang dari atau sama dengan 10%.

Persen RPD

$$\% \text{ RPD} = \left| \frac{\text{Hasil Pengukuran} - \text{Duplikat Pengukuran}}{(\text{Hasil Pengukuran} + \text{Duplikat Pengukuran})/2} \right| \times 100 \%$$

- f. Lakukan kontrol akurasi dengan spike matrix atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5%-10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk

**INSTRUKSI KERJA
PRANATA LITBANG**

LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI



**PENENTUAN LOGAM TIMBAL (Pb)
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-07
Edisi : I
Revisi : 0
Tanggal : 15 April 2019
Halaman : 6 dari 6

jumlah contoh uji kurang dari 10. Kisaran persen temu balik untuk spike matrix adalah 85% - 115% dan untuk standar kerja 90% - 110%.

Persen temu balik (% Recovery, % R)

$$\% R = \frac{A - B}{C} \times 100 \%$$

Keterangan :

A adalah kadar contoh uji yang di spike ($\mu\text{g/L}$);

B adalah kadar contoh uji ($\mu\text{g/L}$);

C adalah kadar standar yang ditambahkan (target value) ($\mu\text{g/L}$).

H. Lampiran

Tabel 1. Pemakaian Asam Lain Bersama Dengan Asam Nitrat Untuk Persiapan Contoh Uji

Asam	Disarankan Untuk Analisis	Bisa Berguna Untuk Contoh Uji	Tidak Disarankan Untuk Analisis
HCl	Ag	Sb, Ru, Sn	Th, Pb
H ₂ SO ₄	Ti	-	Ag, Pb, Ba
HClO ₄	-	Bahan Organik	-
HF	-	Bahan yang Mengandung Silika	-

6. Dokumen Terkait : -

Dibuat oleh:

Diperiksa oleh:

Disahkan oleh:

Dokumen ini milik LPTB

Isi dokumen ini tidak diperkenankan untuk digandakan tanpa ijin LPTB