

**INSTRUKSI KERJA  
PRANATA LITBANG**

**LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI**



**PENENTUAN LOGAM TEMBAGA  
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-02  
Edisi : I  
Revisi : 0  
Tanggal : 15 April 2019  
Halaman : 1 dari 6

**1. Tujuan**

Untuk menyediakan metode penentuan logam tembaga dalam air menggunakan AAS

**2. Ruang Lingkup**

Meliputi penentuan logam tembaga (Cu) total dan terlarut dalam air secara spektrofotometri serapan atom-nyala (AAS) pada kisaran kadar Cu 0,2 mg/L sampai dengan 10 mg/L dan panjang gelombang 324,7 nm

**3. Acuan**

- PR. 5.10-01 : Pemilihan Metode Uji dan Verifikasinya
- SNI 6989.6:2009, Air dan Air Limbah – Bagian 6 : Cara Uji Tembaga (Cu) Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-nyala

**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  $\mu\text{m}$  dan diasamkan dengan  $\text{HNO}_3$  hingga  $\text{pH} \leq 2$ . Untuk logam total, asamkan dengan  $\text{HNO}_3$  hingga  $\text{pH} \leq 2$ .
- c. Lama Penyimpanan : 6 bulan
- d. Kondisi penyimpanan : Suhu ruang

**B. Peralatan dan Bahan**

a. Peralatan

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nyala;
- Lampu katoda berongga (Hollow Cathode Lamp, HCL) tembaga;

**INSTRUKSI KERJA  
PRANATA LITBANG**

**LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI**



**PENENTUAN LOGAM TEMBAGA  
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-02  
Edisi : I  
Revisi : 0  
Tanggal : 15 April 2019  
Halaman : 2 dari 6

- Gelas piala 100 mL dan 250 mL;
- Pipet volumetrik 10 mL dan 50 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  $\mu\text{m}$ ;
- Timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g; dan
- Labu semprot.

b. Bahan Kimia

- Air bebas mineral
- Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat p.a
- Larutan Standar logam tembaga, Cu 1000 mg/L
- Gas asetilen ( $\text{C}_2\text{H}_2$ ) HP dengan tekanan minimum 100 psi;
- Larutan pengencer  $\text{HNO}_3$  0,05 M Larutkan 3,5 mL  $\text{HNO}_3$  pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala.
- Larutan pencuci  $\text{HNO}_3$  5% (v/v) Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral dala gelas piala 1000 mL, lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan
- Larutan kalsium Larutkan 630 mg kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) dalam 50 mL HCl (1+5). Bila perlu larutan dididihkan untuk menyempurnakan larutan. Dinginkan dan encerkan dengan air bebas mineral hingga 1 liter.
- Udara tekan.

**INSTRUKSI KERJA  
PRANATA LITBANG**

**LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI**



**PENENTUAN LOGAM TEMBAGA  
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-02  
Edisi : I  
Revisi : 0  
Tanggal : 15 April 2019  
Halaman : 3 dari 6

**C. Pembuatan Bahan Penunjang Uji**

a. Pembuatan larutan baku logam tembaga, Cu 100 mg/L

- Pipet 10 mL larutan Induk logam Cu 1000 mg/L siap pakai ke dalam labu ukur 100 mL.
- Tepatkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera dan homogenkan.

b. Pembuatan larutan kerja logam tembaga, Cu

Pipet 0 mL; 0,2 mL; 0,5 mL; 1 mL; 2 mL dan 4 mL larutan induk logam Cu 100 mg/L masukkan ke dalam masing-masing labu ukur 100 mL. Tepatkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera dan homogenkan.

c. Persiapan pengujian kadar tembaga (Cu) dalam air

Persiapan contoh uji tembaga terlarut (Untuk Sampel Badan Air Penerima dan Air Bersih) Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan membran berpori 0,45  $\mu\text{m}$  dan diawetkan. Contoh uji siap diukur.

d. Persiapan Contoh uji tembaga total (Untuk Sampel Air dan Air Limbah)

- Siapkan contoh uji untuk pengujian tembaga total, dengan tahapan sebagai berikut: Homogenkan contoh uji, pipet 50 mL ke dalam gelas piala 100 mL atau erlenmeyer 100 mL
- Tambahkan 5 mL  $\text{HNO}_3$  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  $\text{HNO}_3$  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

**INSTRUKSI KERJA  
PRANATA LITBANG**

**LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI**



**PENENTUAN LOGAM TEMBAGA  
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-02  
Edisi : I  
Revisi : 0  
Tanggal : 15 April 2019  
Halaman : 4 dari 6

endapan dalam contoh uji menjadi jernih.

- e. Bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala
- f. Pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50 mL (saring bila perlu) dan tambahkan air bebas mineral sampai tanda tera dan homogenkan. Catatan :  
Tambahkan matrix modifier (larutan kalsium) dan atau atasi gangguan pengukuran sesuai dengan SSA yang digunakan
- g. Contoh uji siap diukur serapannya.

**D. Pembuatan kurva kalibrasi dan Pengukuran contoh uji**

- a. Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

- Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran tembaga
- Aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol.
- Aspirasikan larutan kerja satu per satu ke dalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 324,7 nm, kemudian catat
- Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis lurusnya.
- Jika koefisien korelasi regresi linier ( $r$ )  $< 0,995$ , periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada b) sampai c) hingga diperoleh nilai koefisien  $r \geq 0,995$

- b. Pengukuran contoh uji

Uji kadar tembaga dengan tahapan sebagai berikut:

- Aspirasikan contoh uji ke dalam SSA-nyala lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 324,7 nm. Bila diperlukan, lakukan pengenceran
- Catat hasil pengukuran

**INSTRUKSI KERJA  
PRANATA LITBANG**

**LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI**



**PENENTUAN LOGAM TEMBAGA  
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-02  
Edisi : I  
Revisi : 0  
Tanggal : 15 April 2019  
Halaman : 5 dari 6

**E. Perhitungan**

Konsentrasi logam tembaga (Cu) dihitung sebagai berikut:

$$\text{Cu (mg/L)} = C \times \text{fp}$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi yang didapat hasil pengukuran (mg/L);

fp adalah faktor pengenceran.

**F. Pengendalian Mutu**

- Koefisien korelasi regresi linier ( $r$ )  $\geq 0.995$  dengan intersepsi  $\leq$  batas deteksi
- Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5%-10% per batch (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji  $< 10$  sebagai kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji  $< 10$  sebagai kontrol ketelitian analisis.
- 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

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

- Lakukan kontrol akurasi dengan spike matrix atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5%-10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10. Kisaran persen temu balik untuk spike

**INSTRUKSI KERJA  
PRANATA LITBANG**

**LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI**



**PENENTUAN LOGAM TEMBAGA  
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-02  
Edisi : I  
Revisi : 0  
Tanggal : 15 April 2019  
Halaman : 6 dari 6

matrix adalah 85% - 115% dan untuk standar kerja 90% - 110%.

Persen temu balik (% Recovery, % R)

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

Keterangan :

A adalah kadar contoh uji yang di spike (mg/L);

B adalah kadar contoh uji (mg/L);

C adalah kadar standar yang ditambahkan (target value) (mg/L).

**G. 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 <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Ti	-	Ag, Pb, Ba
HClO <sub>4</sub>	-	Bahan Organik	-
HF	-	Bahan 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

**INSTRUKSI KERJA  
PRANATA LITBANG**

**LOKA PENELITIAN TEKNOLOGI BERSIH - LIPI**



**PENENTUAN LOGAM TEMBAGA  
DALAM AIR MENGGUNAKAN AAS**

No.Dok. : IK. 5.10-01-02  
Edisi : I  
Revisi : 0  
Tanggal : 15 April 2019  
Halaman : 7 dari 6