

**Air dan air limbah – Bagian 4: Cara uji besi (Fe)
dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-nyala**

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan logam besi, Fe dalam air dan air limbah secara metode spektrofotometri serapan atom-nyala (SSA) pada kisaran kadar Fe 0,3 mg/L sampai dengan 6,0 mg/L dan panjang gelombang 248,3 nm.

2 Acuan normatif

JIS. K.0102.57.2.2002, Testing methods for industrial wastewater.

3 Istilah dan definisi

3.1

larutan induk logam besi, Fe

larutan yang mempunyai kadar logam besi, Fe 1000 mg/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

3.2

larutan baku logam besi, Fe

larutan induk logam besi yang diencerkan dengan air suling sampai kadar tertentu

3.3

larutan kerja logam besi, Fe

larutan baku logam besi, Fe yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi dan mempunyai kisaran kadar Fe 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; 2,0 mg/L; 3,0 mg/L; 4,0 mg/L dan 6,0 mg/L

3.4

larutan blanko

air suling yang diasamkan atau perlakuannya sama dengan contoh uji

3.5

larutan pengencer

larutan yang digunakan untuk mengencerkan larutan kerja, yang dibuat dengan cara menambahkan asam nitrat pekat ke dalam air suling sampai pH 2

3.6

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi masuk yang merupakan garis lurus

SNI 06-6989.4-2004

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Penambahan asam nitrat bertujuan untuk melarutkan analit logam dan menghilangkan zat-zat pengganggu yang terdapat dalam contoh uji air dan air limbah dengan bantuan pemanas listrik, kemudian diukur dengan SSA menggunakan gas asetilen, C_2H_2 .

4.2 Bahan

- a) air suling;
- b) asam nitrat, HNO_3 ;
- c) larutan standar logam besi, Fe; dan
- d) gas asetilen, C_2H_2 .

4.3 Peralatan

- a) SSA;
- b) lampu holow katoda Fe;
- c) gelas piala 250 mL;
- d) pipet ukur 5 mL; 10 mL; 20 mL; 30 mL; 40 mL dan 60 mL;
- e) labu ukur 100 mL;
- f) corong gelas;
- g) pemanas listrik;
- h) kertas saring *whatman* 40, dengan ukuran pori θ 0.42 μm ; dan
- i) labu semprot.

4.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

Bila contoh tidak dapat segera dianalisa, maka contoh uji diawetkan dengan penambahan HNO_3 p sampai pH kurang dari 2 dengan waktu penyimpanan maksimum 6 bulan.

4.5 Persiapan pengujian

4.5.1 Persiapan contoh uji

- a) Masukkan 100 mL contoh uji yang sudah dikocok sampai homogen kedalam gelas piala.
- b) Tambahkan 5 mL asam nitrat.
- c) Panaskan di pemanas listrik sampai larutan contoh hampir kering.
- d) Ditambahkan 50 mL air suling, masukan ke dalam labu ukur 100 mL melalui kertas saring dan ditepatkan 100 mL dengan air suling.

4.5.2 Pembuatan larutan baku logam besi, Fe 100 mg/L

- a) Pipet 10 mL larutan induk logam besi, Fe 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL.
- b) Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

4.5.3 Pembuatan larutan baku logam besi, Fe 10 mg/L

- a) Pipet 50 mL larutan standar logam besi, Fe 100 mg/L ke dalam labu ukur 500 mL.
- b) Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

4.5.4 4.5.4 Pembuatan larutan kerja logam besi, Fe

- a) Pipet 0 mL; 5 mL; 10 mL; 20 mL; 30 mL; 40 mL dan 60 mL larutan baku besi, Fe 10 mg/L masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL.
- b) Tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi logam besi 0,0 mg/L; 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; 2,0 mg/L; 3,0 mg/L; 4,0 mg/L dan 6,0 mg/L.

4.6 Prosedur dan pembuatan kurva kalibrasi

- a) Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat.
- b) Ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 248,3 nm.
- c) Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.
- d) Lanjutkan dengan pengukuran contoh uji yang sudah di persiapkan.

4.7 Perhitungan

Konsentrasi logam besi, Fe (mg/L) = C x fp

dengan pengertian:

C adalah konsentrasi yang didapat hasil pengukuran (mg/L)
fp adalah faktor pengenceran

Persen temu balik (% *recovery*, %)

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

dengan pengertian:

A adalah kadar contoh uji yang di *spike*;
B adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike*;
C adalah kadar standar yang diperoleh (*target value*).

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu**5.1 Jaminan mutu**

- a) Gunakan bahan kimia pro analisis (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.

SNI 06-6989.4-2004

5.2 Pengendalian mutu

- a) Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,95 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- b) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
- c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.
- d) Koefisien variasi/standar deviasi relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 10% maka dilakukan pengukuran ketiga.

6 Rekomendasi

Kontrol akurasi

Untuk kontrol akurasi lakukan salah satu cara sebagai berikut:

- a) Analisis CRM.
Lakukan analisis CRM (*Certified Reference Material*) untuk kontrol akurasi.
- b) Analisis *blind sample*.
- c) Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
- d) Untuk kontrol gangguan matriks lakukan analisis *spike matrix*. Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.
- e) Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.