



LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.10 Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 1 dari 6
<b>CARA UJI KADAR TKN PADA AIR LIMBAH</b>		

Disetujui oleh :  Kepala Seksi SS	Diajukan oleh :  Penyelia
--	--

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.10 Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 2 dari 6
<b>CARA UJI KADAR TKN PADA AIR LIMBAH</b>		

### A. Prinsip

Senyawa nitrogen organik dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan katalis diubah menjadi garam amonium yang dengan penambahan basa kuat diubah menjadi amonia yang dibebaskan dan bereaksi dengan asam borat atau asam sulfat membentuk senyawaan amonium. Senyawaan amonium yang terbentuk dapat ditetapkan secara spektrofotometri, titrimetri atau secara elektrode ion selektif.

### B. Bahan

#### 1. Larutan Destruksi

- Larutkan 33,5 gram  $\text{K}_2\text{SO}_4$  dan 1,825 gram  $\text{CuSO}_4$  dengan 200 mL air suling di dalam gelas piala 500 mL.
- Tambahkan dengan hati-hati 33,5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, dinginkan pada suhu ruang kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 250 mL.
- Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.

#### 2. Larutan Natrium Hidroksida-Natrium Tiosulfat

- Larutkan secara hati-hati 125 gram  $\text{NaOH}$  dan 6,25 gram  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dengan 200 mL air suling di dalam gelas piala 250 mL yang diletakkan dalam penangas es kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 250 mL.
- Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.

#### 3. Larutan $\text{NaOH}$ 0,1 N

- Larutkan secara hati-hati 1 gram  $\text{NaOH}$  dengan 200 mL air suling di dalam gelas piala 250 mL yang diletakkan dalam penangas es kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 250 mL.
- Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.

#### 4. Larutan *Buffer* Borat

- Larutkan 1,25 gram  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  atau 2,375 gram  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  ke dalam gelas piala yang berisi 250 mL air suling.
- Tambahkan 44 mL larutan  $\text{NaOH}$  0,1 N kemudian homogenkan.

#### 5. Larutan $\text{NaOH}$ 6 N

- Larutkan secara hati-hati 24 gram  $\text{NaOH}$  dengan 80 mL air suling di dalam gelas piala 100 mL yang diletakkan dalam penangas es kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.10 Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 3 dari 6
<b>CARA UJI KADAR TKN PADA AIR LIMBAH</b>		

- b. Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.
6. Larutan Asam Borat
  - a. Larutkan 2 gram  $H_3BO_3$  dengan air suling di dalam gelas piala 1000 mL kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL.
  - b. Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.
7. Larutan  $H_2SO_4$  1 N
  - a. Ukur 28 mL  $H_2SO_4$  pekat dan masukkan ke dalam gelas piala 1000 mL yang berisi 200 mL air suling secara hati-hati, aduk pelan-pelan, dinginkan.
  - b. Pindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan tambahkan air suling sampai tepat tanda tera, homogenkan.
8. Larutan Penitar  $H_2SO_4$  0,02 N
  - a. Pipet 20 mL larutan  $H_2SO_4$  1 N dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL yang berisi 200 mL air suling.
  - b. Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.
9. Larutan Baku Primer  $Na_2CO_3$  0,05 N
  - a. Timbang teliti 2,5 gram  $Na_2CO_3$  dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL.
  - b. Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.
10. Larutan Indikator Metil Orange
 

Larutkan 0,05 gram serbuk metil orange ke dalam 100 mL air suling kemudian homogenkan.
11. Air Suling

### C. Peralatan

1. Labu *Kjedahl*
2. Alat Pemanas
3. Peralatan Destilasi
4. Peralatan Gelas
5. pH meter
6. Neraca Analitik

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.10 Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 4 dari 6
<b>CARA UJI KADAR TKN PADA AIR LIMBAH</b>		

#### D. Prosedur Kerja

1. Standardisasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,02 N
  - a. Pipet 10 mL larutan baku primer  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,05 N ke dalam erlenmeyer 125 mL.
  - b. Tambahkan beberapa tetes indikator metil orange (MO).
  - c. Titrasasi dengan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,02 N sehingga terjadi perubahan warna dari kuning kemerahan menjadi merah jingga.
  - d. Catat volume larutan penitar asam sulfat yang digunakan.
  - e. Lakukan secara duplo.
2. Cara uji
  - a. Ukur 500 mL contoh uji ke dalam labu *kjedahl*.
  - b. Tambahkan 25 mL larutan *buffer* borat dan larutan NaOH 6 N sampai pH 9,5.
  - c. Tambahkan batu didih dan didihkan sampai larutan berkurang sekitar 300 mL.
  - d. Tambahkan dengan hati-hati 50 mL larutan destruksi.
  - e. Didihkan sampai volume contoh uji menjadi sekitar 25-50 mL, biarkan sampai larutan dingin.
  - f. Tambahkan dengan hati-hati 50 mL larutan natrium hidroksida-natrium tiosulfat, pH larutan harus lebih besar atau sama dengan 11.
  - g. Hubungkan labu dengan alat destilasi kemudian destilasi dan destilatnya di tampung dalam labu erlenmeyer yang berisi 50 mL larutan asam borat (ujung kondensor harus tercelup dalam larutan).
  - h. Destilasi dilanjutkan sampai destilat mencapai 200 mL kemudian encerkan menjadi 300 mL.
  - i. Pipet 10 mL hasil destilat pada poin h ke dalam erlenmeyer 100 mL.
  - j. Tambahkan beberapa tetes indikator metil orange (MO).
  - k. Titrasasi dengan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,02 N sehingga terjadi perubahan warna dari kuning kemerahan menjadi merah jingga dan catat volume penitar yang digunakan.
  - l. Lakukan langkah nomor 2.i sampai 2.k untuk larutan blanko.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.10 Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 5 dari 6
<b>CARA UJI KADAR TKN PADA AIR LIMBAH</b>		

## E. Perhitungan

### 1. Kadar Amonia

$$C_1 = \frac{(A - B) \times N \times 14 \times 1000}{V}$$

Keterangan :

A = Volume penitar H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> untuk destilat (mL)

B = Volume penitar H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> untuk blanko (mL)

N = Normalitas larutan penitar H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

V = Volume destilat yang titrasi (mL)

C<sub>1</sub> = Kadar amonia dalam destilat (mg-N/L)

### 2. Kadar N-Organik

$$C_2 = \frac{Vd \times C_1 \times Fp}{Vc}$$

Keterangan :

C<sub>2</sub> = Kadar N-Organik dalam contoh uji (mg/L)

Vd = Volume destilat hasil pengerjaan (300mL)

Vc = Volume contoh yang diperiksa (500 mL)

Fp = Faktor pengenceran

### 3. Normalitas H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,02 N

$$N_1 = \frac{V_2 \times N_2}{V_1}$$

Keterangan :

N<sub>1</sub> = Normalitas H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang sebenarnya (N)

N<sub>2</sub> = Normalitas Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> yang digunakan (N)

V<sub>1</sub> = Volume H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang digunakan untuk titrasi (mL)

V<sub>2</sub> = Volume Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> yang digunakan (mL)

## E. Dokumen Acuan

SNI 06-6989.52-2005

## F. Dokumen Terkait

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian