



LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1F Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 1 dari 5
CARA UJI COD PADA AIR DAN AIR LIMBAH DENGAN REFLUKS TERTUTUP SECARA TITRIMETRI		

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

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1F Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 2 dari 5
CARA UJI COD PADA AIR DAN AIR LIMBAH DENGAN REFLUKS TERTUTUP SECARA TITRIMETRI		

A. Prinsip

Senyawa anorganik dan organik dalam contoh uji dioksidasikan oleh $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ dalam refluks tertutup selama 2 jam menghasilkan Cr^{3+} . Sisa kalium dikromat yang tidak bereaksi, dititrasi dengan larutan FAS menggunakan indikator ferroin. Jumlah oksidan yang dibutuhkan dinyatakan dalam ekuivalen oksigen (O_2 mg/L)

B. Bahan

1. Air bebas organik
2. Larutan pereaksi asam sulfat
Larutkan 10,12 g serbuk atau kristal Ag_2SO_4 ke dalam 1000 mL H_2SO_4 pekat, aduk dengan magnetik stirer hingga larut
3. Larutan baku kalium dikromat 0,01667 M (=0,1 N) (Digestion solution)
Larutkan 4,903 kalium dikromat yang telah dikeringkan pada suhu 150°C selama 2 jam ke dalam 500 mL air bebas organik. Tambahkan 167 mL asam sulfat pekat dan 33,3 g HgSO_4 . Larutkan dan dinginkan pada suhu ruang encerkan sampai 1000 mL
4. Larutan Indikator Ferroin siap pakai
5. Larutan baku FAS 0,05 M
Larutkan 19,6 g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 300 mL air bebas organik, tambahkan 20 mL asam sulfat pekat, dinginkan dan tepatkan sampai dengan 1000 mL
6. Larutan asam sulfamat
Digunakan jika ada gangguan nitrit, tambahkan 10 mg asam sulfamat untuk setiap mg NO_2N yang ada dalam contoh uji.
7. Larutan baku KHP, COD=500 mg O_2/L
Gerus KHP, keringkan sampai bobot tetap pada 110°C . Larutkan 425 mg KHP dalam 1000 mL air bebas organik. Larutan ini stabil apabila disimpan pada suhu $\leq 6^\circ\text{C}$ dan dapat digunakan sampai 1 minggu selama tidak ada pertumbuhan mikroba. Sebaiknya disiapkan setiap 1 minggu.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1F Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 3 dari 5
CARA UJI COD PADA AIR DAN AIR LIMBAH DENGAN REFLUKS TERTUTUP SECARA TITRIMETRI		

Catatan 1 : Larutan baku KHP ini digunakan sebagai pengendalian mutu kinerja pengukuran.

Catatan 2 : Dapat juga menggunakan KHP siap pakai

C. Peralatan

1. Digestion vessel, ampul borosilikat bertutup ulir kapasitas 10 mL
2. Pemanas dengan lubang penyangga tabung
3. Buret
4. Labu ukur
5. Pipet volumetrik
6. Pipet ukur
7. Erlemeyer
8. Magnetik Stirer
9. Timbangan analitik ketelitian 0,1 mg

D. Prosedur Kerja

1. Persiapan Contoh Uji

Homogenkan contoh uji, gunakan blender jika mengandung padatan tersuspensi. Cuci digestion vessel dan tutupnya dengan H_2SO_4 20% sebelum digunakan

2. Pengawetan Contoh Uji

Lakukan analisis sesegera mungkin atau dinginkan contoh uji tidak lebih dari 24 jam. Bila tidak dapat segera dianalisis, contoh uji diawetkan dengan menambahkan H_2SO_4 pekat sampai $pH < 2$, dalam botol plastik atau botol gelas dan disimpan dalam pendingin $\leq 6^\circ C$, dengan lama penyimpanan 28 hari

3. Persiapan Pengujian

Pipet 5 mL digestion solution ke dalam erlemeyer tambahkan air bebas organik sejumlah contoh uji dan dinginkan pada suhu ruang. Tambahkan 1-2 tetes feroin, titrasi dengan larutan FAS. Hitung molaritas larutan

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1F Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 4 dari 5
CARA UJI COD PADA AIR DAN AIR LIMBAH DENGAN REFLUKS TERTUTUP SECARA TITRIMETRI		

$$N_{FAS} = \frac{VK \times NK}{Vol. FAS}$$

N_{FAS} = normalitas larutan FAS

V_k = volume digestion solution

N_k = normalitas digestion solution

V_{FAS} = volume larutan FAS

4. Prosedur Pengujian

- Pipet 2,5 mL contoh uji, 1,5 mL digestion solution dan 3,5 mL Larutanpereaksi asam sulfat ke dalam ampul 10 mL
- Tutup tabung dan kocok perlahan
- Letakkan tabung pemanas pada pemanas yang telah dipanaskan pada suhu 150 °C, lakukan digestion selama 2 jam
- Dinginkan contoh uji perlahan-lahan sampai suhu ruang.
- Pindahkan secara kuantitatif contoh uji dari ampul ke dalam erlenmeyer.
- Tambahkan indikator ferroin 1-2 tetes, titrasi dengan FAS sampai terjadi perubahan warna dari hijau-biru ke coklat kemerahan, catat volume FAS yang dipakai.
- Lakukan langkah 1-10 terhadap air bebas organik sebagai blanko, catat volume FAS yang dipakai.

E. Perhitungan

$$COD (mg O_2/L) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{mL \text{ contoh uji}}$$

Keterangan :

A = Volume FAS untuk blanko (mL)

B = Volume FAS untuk contoh uji (mL)

N = Normalitas FAS

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1F Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 5 dari 5
CARA UJI COD PADA AIR DAN AIR LIMBAH DENGAN REFLUKS TERTUTUP SECARA TITRIMETRI		

8000 = berat miliekivalen oksigen x 1000 mL/L

F. Pengendalian Mutu

1. Gunakan bahan kimia pro analisis
2. Gunakan alat gelas bebas kontaminasi
3. Gunakan alat ukur terkalibrasi
4. Gunakan air suling bebas organik untuk pembuatan blanko dan larutan kerja
5. Dikerjakan oleh analis yang kompeten
6. *Lakukan analisis dalam jangka waktu tidak melampaui waktu simpan maksimum 28 hari*
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
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. Jika perbedaan RPD sama dengan 10 % dilakukan pengukuran ketiga
9. Lakukan kontrol akurasi dengan larutan baku KHP dengan frekuensi 5-10% dalam satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh kurang dari 10. Kisaran temu balik untuk spike matriks adalah 85-115%

$$\% \text{ Rec} = \frac{\text{Hasil pengukuran KHP (mg/L)}}{\text{Kadar KHP hasil penimbangan (target value) (mg/L)}} \times 100 \%$$

G. Dokumen Acuan

SNI 6989.73 : 2019

H. Dokumen Terkait

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian