



| | | |
|---|-------------------------------|--|
| <p>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</p> | <p>INSTRUKSI KERJA</p> | <p>Nomor : IK-LAB-5.4.1.2C Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 1 dari 7</p> |
| <p>CARA UJI KADAR NITROGEN DIOKSIDA (NO₂) UDARA AMBIENT</p> | | |

| | |
|--|--|
| <p>Disetujui oleh :</p>  <p>Kepala Seksi SS</p> | <p>Diajukan oleh :</p>  <p>Penyelia</p> |
|--|--|

| | | |
|--|------------------------|--|
| LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG | INSTRUKSI KERJA | Nomor : IK-LAB-5.4.1.2C Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 2 dari 7 |
| CARA UJI KADAR NITROGEN DIOKSIDA (NO₂) UDARA AMBIENT | | |

A. Prinsip

Gas nitrogen dioksida diserap dalam larutan *Griess Saltzman* sehingga membentuk suatu senyawa *azo dye* berwarna merah muda yang stabil setelah 15 menit. Konsentrasi larutan ditentukan secara spektrofotometri pada panjang gelombang 550 nm.

B. Bahan

1. Hablur Asam Sulfanilat ($\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$)
2. Larutan Asam Asetat Glasial
3. Air bebas mineral
4. Natrium nitrit (NaNO_2)
5. Larutan Induk N-(1-naftil)-etilendiamin dihidroklorida (NEDA, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{Cl}_2\text{N}_2$)
 - a. Larutkan 0.1 gram NEDA dengan air bebas mineral ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian encerkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera lalu homogenkan.
 - b. Pindahkan ke dalam botol coklat dan simpan di lemari pendingin.

Catatan : Larutan ini stabil selama 1 bulan yang simpan dalam lemari pendingin.

6. Aseton ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$)
7. Larutan Penyerap *Griess Saltzman*
 - a. Larutkan 5 gram asam sulfanilat dalam gelas piala 1000 mL dengan 140 mL asam asetat glasial, aduk secara hati-hati dengan *stirrer* sambil tambahkan dengan air bebas mineral hingga kurang lebih 800 mL.
 - b. Pindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL.
 - c. Tambahkan 20 mL larutan induk NEDA dan 10 mL aseton, tambahkan air bebas mineral hingga tanda tera, homogenkan.

Catatan :

- Pembuatan larutan penyerap ini tidak boleh terlalu lama kontak dengan udara.
- Masukkan larutan tersebut ke dalam botol pyrex berwarna gelap dan simpan di dalam lemari pendingin.
- Larutan ini stabil selama 2 bulan.

8. Larutan induk nitrit, 2.000 $\mu\text{g/mL}$
 - a. Keringkan NaNO_2 dalam oven selama 2 jam pada suhu 105°C dan dinginkan dalam desikator

| | | |
|--|------------------------|--|
| LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG | INSTRUKSI KERJA | Nomor : IK-LAB-5.4.1.2C Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 3 dari 7 |
| CARA UJI KADAR NITROGEN DIOKSIDA (NO₂) UDARA AMBIENT | | |

- b. Timbang 0.246 gram NaNO₂ yang tersebut diatas, kemudian larutkan ke dalam labu ukur 100 mL dengan air bebas mineral, tambahkan air bebas mineral hingga tanda tera, lalu homogenkan;
- c. Pindahkan larutan tersebut ke dalam botol gelap dan simpan di lemari.

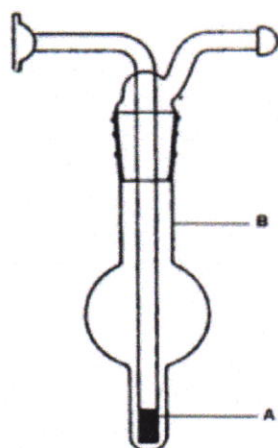
Catatan :

- Larutan ini stabil selama 3 bulan
 - Dapat digunakan larutan estándar nitrit siap pakai yang tersedia secara komersial
9. Larutan Standar Nitrit
Pipet 10 mL larutan induk ke dalam labu ukur 1000 mL, tambahkan dengan air bebas mineral hingga tanda tera, lalu homogenkan.

C. Peralatan

1. Peralatan pengambil contoh uji NO₂ seperti Gambar 2 atau Gambar 3 (setiap unit peralatan disambung dengan selang silikon dan pastikan tidak mengalami kebocoran)
2. Labu ukur 100 mL dan 1000 mL
3. Pipet Mikro atau buret mikro
4. Gelas ukur 100 mL
5. Gelas piala 100 mL, 500 mL, dan 1000 mL
6. Spektrofotometer dilengkapi dengan kuvet
7. Neraca analitik dengan ketelitian 0.1 mg
8. Oven
9. Botol pyrex berwarna gelap
10. Desikator
11. Alat destilasi
12. Kaca arloji

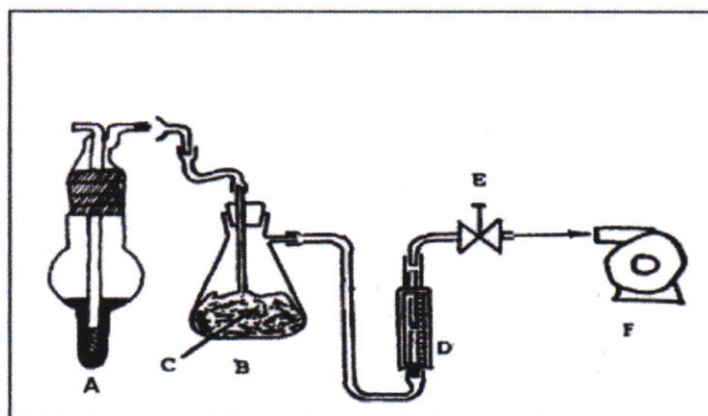
| | | |
|---|-------------------------------|--|
| <p>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</p> | <p>INSTRUKSI KERJA</p> | <p>Nomor : IK-LAB-5.4.1.2C Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 4 dari 7</p> |
| <p>CARA UJI KADAR NITROGEN DIOKSIDA (NO₂) UDARA AMBIENT</p> | | |



Keterangan gambar :

- A adalah ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter porositas 60 μ (mikron);
- B adalah botol penjerap dengan volum 100 mL.

Gambar 1 Botol penjerap *Fritted Bubbler*



Keterangan gambar :

- A adalah botol penjerap (*fritted bubbler*);
- B adalah perangkat uap (*mist trap*);
- C adalah arang aktif atau *soda lime*;
- D adalah *flow meter* yang dapat mengukur laju alir 0,4 L/menit;
- E adalah kran pengatur;
- F adalah pompa.

Gambar 2 Rangkaian peralatan pengambil contoh uji NO₂

D. Prosedur Kerja

1. Pengambilan Contoh Uji
 - a. Peralatan pengambil contoh uji disusun.

| | | |
|---|-------------------------------|--|
| <p>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</p> | <p>INSTRUKSI KERJA</p> | <p>Nomor : IK-LAB-5.4.1.2C Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 5 dari 7</p> |
| <p>CARA UJI KADAR NITROGEN DIOKSIDA (NO₂) UDARA AMBIENT</p> | | |

- b. Masukkan larutan penyerap *Griess Saltzman* sebanyak 10 mL ke dalam botol penyerap kemudian diatur botol penyerap agar terlindung dari hujan dan sinar matahari langsung.
- c. Pompa penghisap udara dihidupkan dan diatur kecepatan alirnya 0.4 L/menit, setelah stabil catat laju alir awal dan pantau laju alir udara sekurang-kurangnya 15 menit sekali..
- d. Lakukan pengambilan contoh uji selama 1 jam dan catat suhu serta tekanan udara.
- e. Setelah 1 jam matikan pompa penghisap.
- f. Tepatkan volumen larutan yang berbeda di botol penyerap sampai volumen tertentu (V_1).
- g. Lakukan analisis di lapangan segera setelah pengambilan contoh uji (maksimal 1 jam setelah pengambilan contoh uji)

2. Persiapan Pengujian

a. Pembuatan Kurva Kalibrasi

- 1) Optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat;
- 2) Buat deret larutan kerja dalam labu takar 25 mL dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran, dimana standar larutan kerja terendah mendekati LoQ (limit of Quantitation);
- 3) Tambahkan larutan penyerap sampai tanda tera. Kocok dengan baik dan biarkan selama 15 menit agar pembentukan warna sempurna
- 4) Ukur serapan masing-masing larutan standar dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm
- 5) Buat kurva kalibrasi antara serapan dengan jumlah NO₂ (μg)

b. Pengujian contoh

- 1) Masukkan larutan contoh uji ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, lalu ukur pada intensitas warna merah muda yang terbentuk pada panjang gelombang 550 nm
- 2) Baca serapan contoh uji kemudian hitung konsentrasi dengan menggunakan kurva kalibrasi
- 3) Lakukan langkah-langkah 2.b built 1) sampai 2) untuk penyerap yang dikur sebagai blanko

| | | |
|---|-------------------------------|--|
| <p>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</p> | <p>INSTRUKSI KERJA</p> | <p>Nomor : IK-LAB-5.4.1.2C Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 6 dari 7</p> |
| <p>CARA UJI KADAR NITROGEN DIOKSIDA (NO₂) UDARA AMBIENT</p> | | |

E. Perhitungan

1. Konsentrasi NO₂ dalam larutan standar

$$NO_2 = \frac{a}{100} \times \frac{46}{69} \times \frac{1}{f} \times \frac{10}{1000} \times 10^6$$

Keterangan :

- \bar{a} = Berat NaNO₂ yang timbang (gram)
- 46 = Berat molekul NO₂
- 69 = Berat molekul NaNO₂
- f = Faktor yang menunjukkan jumlah mol NaNO₂ yang menghasilkan warna yang setara dengan 1 mol NO₂ (f = 0.82)
- 10/1000 = Faktor pengenceran larutan induk NaNO₂
- 106 = Konversi dari gram ke μ g

2. Volume contoh uji udara yang diambil

$$V = \frac{\sum_{i=1}^n Q_i}{n} \times t \times \frac{P_a}{T_a} \times \frac{298}{760}$$

Keterangan:

- V adalah volume udara yang diambil dikoreksi pada kondisi normal 25 °C, 760 mmHg (Nm³);
- Q_i adalah pencatatan laju alir ke - i (Nm³/menit);
- n adalah jumlah pencatatan laju alir;
- t adalah durasi pengambilan contoh uji (menit)
- P_a adalah tekanan barometer rata-rata selama pengambilan contoh uji (mmHg);
- T_a adalah temperatur rata-rata selama pengambilan contoh uji dalam Kelvin (K);
- 298 adalah konversi temperatur pada kondisi normal (25 °C) ke dalam Kelvin (K);
- 760 adalah tekanan udara standar (mmHg).

3. Konsentrasi NO₂ di udara ambien

$$C = \frac{b}{V_u} \times \frac{V_i}{25} \times 1000$$

Keterangan :

- C = Konsentrasi NO₂ di udara (μ g/Nm³)
- b = Jumlah NO₂ dari contoh uji hasil perhitungan dari kurva kalibrasi (μ g)
- V_u = Volum udara yang dihisap dikoreksi pada kondisi normal 25°C, 760mmHg
- V_i = Volumen akhir larutan penjerap (mL)
- 25 = Volume larutan standar dalam labu ukur
- 1000 = Konversi Liter ke m³

| | | |
|---|-------------------------------|--|
| <p>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</p> | <p>INSTRUKSI KERJA</p> | <p>Nomor : IK-LAB-5.4.1.2C Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 7 dari 7</p> |
| <p>CARA UJI KADAR NITROGEN DIOKSIDA (NO₂) UDARA AMBIENT</p> | | |

F. Dokumen Acuan

SNI 19-7119.2-2005

G. Dokumen Terkait

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian