

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.2D Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 1 dari 10
CARA UJI KADAR SULFUR DIOKSIDA (SO₂) UDARA AMBIENT DENGAN METODE PARAROSANILIN		

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

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.2D Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 2 dari 10
CARA UJI KADAR SULFUR DIOKASIDA (SO_2) UDARA AMBIENT DENGAN METODE PARAROSANILIN		

A. Prinsip

Gas sulfur dioksida diserap dalam larutan penyerap tetrakloromerurat membentuk senyawa kompleks diklorosulfonatomerkurat. Dengan tambahkan larutan pararosanilin dan formaldehid ke dalam senyawa diklorosulfonatomerkurat maka terbentuk senyawa pararosanilin metil sulfonat yang berwarna ungu. Kosentrasi larutan diukur pada panjang gelombang 550 nm.

B. Bahan

1. Larutan Penyerap Tetrakloromerurat (TCM) 0.04 M
 - a. Larutkan 2.715 gram Merkuri (II) Klorida (HgCl_2) dengan 200 mL air suling ke dalam gelas piala 500 mL.
 - b. Tambahkan secara berturut-turut 1.49 gram kalium klorida dan 0.0165 gram EDTA lalu aduk sampai homogen.
 - c. Pindahkan ke dalam labu ukur 250 mL, tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.

Catatan 1: Larutan ini stabil selam 6 bulan jika tidak terbentuk endapan.

Catatan 2: Larutan Penjerap dapat dilakukan bila pH larutan 3 – 5

2. Larutan Induk Natrium Metabisulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)
 - a. Larutkan 0.06 gram $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ dengan air suling yang telah didihkan ke dalam gelas piala 100 mL.
 - b. Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.
 - c. **Catatan 1:** 0.,3 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ dapat diganti dengan Na_2SO_3
 - d. **Catatan 2:** Air bebas mineral yang digunakan telah dididihkan
3. Larutan Stándar Natrium Metabisulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)
 - a. Pipet 1 mL larutan induk $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ dan masukkan ke dalam labu ukur 50 mL.
 - b. Tambahkan larutan penyerap sampai tepat tanda tera dan homogenkan.

Catatan : Larutan ini stabil selama 1 bulan yang disimpan dalam suhu kamar.
4. Larutan Induk Iod (I_2) 0.1 N
 - a. Timbang 0.127 gram Iod dan 0.4 gram KI kemudian masukkan ke dalam gelas piala yang berisi 5 mL air suling.
 - b. Pindahkan ke dalam labu ukur 10 mL, tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.2D Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 3 dari 10
CARA UJI KADAR SULFUR DIOKASIDA (SO_2) UDARA AMBIENT DENGAN METODE PARAROSANILIN		

5. Larutan Iod 0.01 N

- a. Pipet 50 mL larutan iod 0.1 N ke dalam labu ukur 500 mL
- b. Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.

6. Larutan Indikator Kanji

- a. Masukkan dalam gelas piala 250 mL berturut-turut 0,4 g kanji dan 0,002 g merkuri (II) Iodida (HgI_2).
- b. Larutkan secara hati-hati dengan air mendidih sampai volumen mencapai 200 mL.
- c. Panaskan Larutan tersebut sampai larutan jernih, lalu dinginkan dan pindahkan ke dalam botol.

7. Larutan Asam Klorida, HCl (1 + 10)

Encerkan 10 mL HCl pekat dengan 100 mL air suling di dalam piala gelas 250 mL.

8. Larutan Induk Natrium Tio Sulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0.1 N

- a. Didihkan \pm 200 mL air demineral kemudian dinginkan.
- b. Larutkan 24,82 gram $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan 200 mL air demineral yang telah didihkan ke dalam piala gelas 250 mL dan tambahkan 0.1 gram Natrium Karbonat (Na_2CO_3).
- c. Pindahkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 1000 mL dan tambahkan air demineral sampai tepat tanda tera, homogenkan.
- d. Diamkan selama 1 hari sebelum dilakukan standardisasi.

9. Larutan Natrium Tio Sulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0.01 N

- a. Pipet 50 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N dan masukkan ke dalam labu ukur 500 mL
- b. Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera lalu homogenkan.

10. Larutan Asam Klorida 1 M

Masukkan 83 mL HCl 37% ($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$) ke dalam labu ukur 1000 mL yang berisi \pm 300 mL air suling, tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.

11. Larutan Asam Sulfamat ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$) 0.6% b/v

Larutkan 0.6 gram asam sulfamat ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan air demineral sampai tanda tera, lalu homogenkan.

12. Larutan Asam Fosfat (H_3PO_4) 3 M

Pipet 205 mL H_3PO_4 85% ($\rho = 1.69 \text{ g/mL}$) ke dalam labu ukur 1000 mL yang berisi kurang lebih 300 mL air demineral. Tambahkan air suling lagi sampai tepat tanda tera dan homogenkan.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.2D Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 4 dari 10
CARA UJI KADAR SULFUR DIOKASIDA (SO_2) UDARA AMBIENT DENGAN METODE PARAROSANILIN		

13. Larutan Induk Pararosanilin 0.2%

Larutkan 0.2 gram pararosanilin hidroklorida ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan larutan HCl 1 M sampai tepat tanda tera dan homogenkan.

14. Penentuan Kemurnian Pararosanilin

- Pipet 1 mL larutan induk pararosanilin, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan.
- Pipet 5 mL larutan pada nomor 14.a dan 5 mL larutan penyangga asetat ke dalam labu ukur 50 mL dan encerkan dengan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.
- Setelah 1 jam, ukur serapannya pada panjang gelombang 540 nm dengan spektrofotometer.
- Hitung kemurnian larutan induk pararosanilin dengan rumus sebagai berikut :

$$M = \frac{A \times 21,3}{W}$$

Keterangan :

M = Kemurnian pararosanilin (%)

A = Absorban

W = Bobot pararosanilin (gran)

21,3 = Tetapan untuk mengubah serapan ke berat

Catatan : Kadar kemurnian pararosanilin sekurang-kurangnya harus 95%

15. Larutan Kerja Pararosanilin

- Pipet 40 mL larutan induk pararosanilin ke dalam labu ukur 500 mL (bila kemurnian larutan induk pararosanilin lebih kecil dari 100%, tambahkan setiap kekurangan 1% dengan 0.4 mL larutan induk pararosanilin).
- Tambahkan 50 mL larutan H_3PO_4 3 M tambahkan air demineral sampai tepat tanda tera dan homogenkan.

16. Larutan Formaldehida 0.2%

Pipet 5 mL formaldehid 36%-38% dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, diencerkan dengan air demineral hingga tanda tera dan homogenkan.

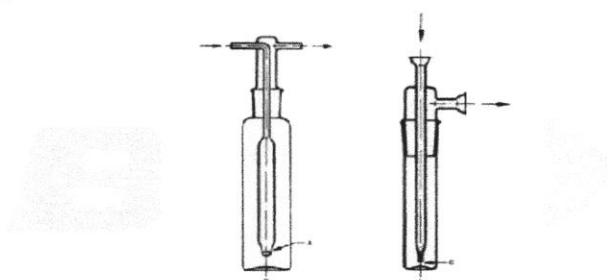
17. Larutan Penyangga Asetat 1 M ($\text{pH} = 4,74$)

- Larutkan 13,61 gram Natrium Asetat Trihidrat ke dalam labu ukur 100 mL dengan 50 mL air demineral
- Tambahkan 5,7 mL asam asetat glasial dan encerkan dengan air demineral sampai tepat tanda tera, homogenkan.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.2D Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 5 dari 10
CARA UJI KADAR SULFUR DIOKASIDA (SO₂) UDARA AMBIENT DENGAN METODE PARAROSANILIN		

C. Peralatan

1. Peralatan pengambilan contoh uji SO₂ sesuai Gambar 2
2. Labu ukur 25 mL; 50 mL; 100 mL; 250 mL; 500 mL dan 1.000 mL
3. Pipet volumetrik;
4. Gelas ukur 100 mL;
5. Gelas piala 100 mL; 250 mL; 500 mL dan 1.000 mL;
6. Spektrofotometer sinar tampak dilengkapi kuvet;
7. Timbangan analitik dengan ketelitian n 0,1mg;
8. Buret 50 mL;
9. Labu erlenmeyer asah bertutup 250 mL;
10. Oven;
11. Kaca arloji;
12. Termometer;
13. Barometer;
14. Pengaduk;
15. Botol reagen.

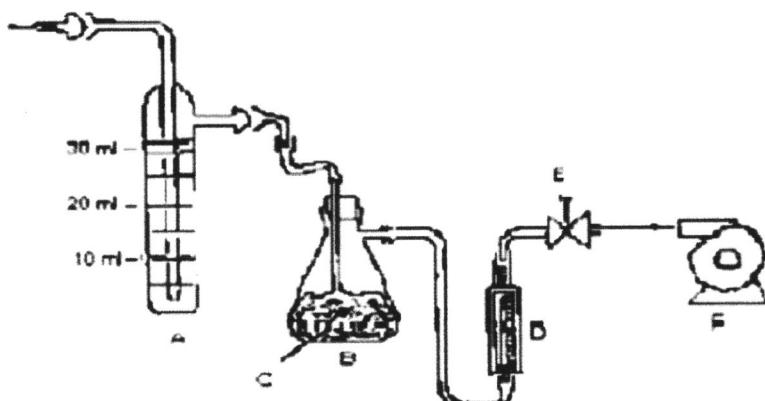


Keterangan gambar:

- A: ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter dalam 1 mm;
- B: botol penjerap midget impinger dengan kapasitas volumee 50 mL;
- C: ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter dalam 1 mm;
- D: botol penjerap midget impinger dengan kapasitas volumee 30 mL.

Gambar 1 – Botol penjerap midget impinger

CARA UJI KADAR SULFUR DIOKASIDA (SO₂) UDARA AMBIENT DENGAN METODE PARAROSANILIN



Keterangan gambar:

- A: Botol penjerap volumee 30 mL;
- B: Perangkap uap;
- C: Desiccant;
- D: Flow meter yang mampu mengukur laju alir 0,5 L/menit; E adalah keran pengatur;
- F: Pompa.

Gambar 2 – Rangkaian Peralatan Pengambilan Contoh Uji SO₂ Selama 1 Jam

D. Prosedur Kerja

1. Pengambilan contoh uji
 - a. Susun peralatan pengambilan contoh uji seperti pada Gambar 2 dan tempatkan pada posisi dan lokasi pengukuran menurut metode penentuan lokasi pengambilan contoh uji pemantauan kualitas udara ambien sesuai SNI 7119.6;
 - b. Masukkan larutan penjerap SO₂ sebanyak 10 mL ke masing-masing botol penjerap.
 - c. Lindungi botol penjerap dari sinar matahari langsung dengan alumunium foil;
 - d. Hidupkan pompa penghisap udara dan atur kecepatan alir 0,5 L/menit, setelah stabil catat laju alir awal dan pantau laju alir udara sekurang-kurangnya 15 menit sekali;
 - e. Lakukan pengambilan contoh uji selama 1 jam dan catat temperatur serta tekanan udara;
 - f. Setelah 1 jam matikan pompa penghisap;

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.2D Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 7 dari 10
CARA UJI KADAR SULFUR DIOKASIDA (SO_2) UDARA AMBIENT DENGAN METODE PARAROSANILIN		

- g. Diamkan selama 20 menit setelah pengambilan contoh uji untuk menghilangkan pengganggu.

CATATAN Contoh uji dapat stabil selama 24 jam, jika disimpan pada suhu 5 °C dan terhindar dari sinar matahari.

2. Standardisasi Larutan Natrium Tio Sulfat 0.01 N

- Panaskan kalium iodat (KIO_3) pada suhu 180 °C selama 2 jam dan dinginkan dalam desikator;
- Larutkan 0,09 g kalium iodat (KIO_3) ke dalam labu ukur 250 mL dan tambahkan air bebas mineral sampai tanda tera, lalu homogenkan;
- Pipet 25 mL larutan kalium iodat ke dalam labu erlenmeyer asah 250 mL;
- Tambahkan 1 g KI dan 10 mL HCl (1+10) ke dalam labu erlenmeyer tersebut;
- Tutup labu erlenmeyer dan tunggu 5 menit, titrasi larutan dalam erlenmeyer dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N sampai warna larutan kuning muda;
- Tambahkan 5 mL indikator kanji, dan lanjutkan titrasi sampai titik akhir (warna biru tepat hilang), catat volume larutan penitar yang diperlukan;
- Hitung normalitas larutan natrium tiosulfat tersebut dengan rumus sebagai berikut:

$$N = \frac{b \times 1000 \times V_1}{35,67 \times 250 \times V_2}$$

Keterangan:

- N adalah Konsentrasi larutan natrium tiosulfat dalam grek/L (N);
- b adalah Bobot KIO_3 dalam 250 mL air bebas mineral (g);
- V_1 adalah Volumee KIO_3 yang digunakan dalam titrasi (mL);
- V_2 adalah Volumee larutan natrium tio sulfat hasil titrasi (mL);
- 35,67 adalah Bobot ekivalen KIO_3 (BM $\text{KIO}_3/6$);
- 250 adalah Volumee larutan KIO_3 yang dibuat dalam labu ukur 250 mL;
- 1.000 adalah konversi liter (L) ke mL

3. Penetuan Konsentrasi SO_2 dalam Larutan Induk $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$

- Pipet 25 mL larutan induk $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ pada langkah 4.2.2 ke dalam labu erlenmeyer asah kemudian pipet 50 mL larutan iod 0,01 N ke dalam labu dan simpan dalam ruang tertutup selama 5 menit;

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.2D Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 8 dari 10
CARA UJI KADAR SULFUR DIOKASIDA (SO₂) UDARA AMBIENT DENGAN METODE PARAROSANILIN		

- b. Titrasi larutan dalam erlenmeyer dengan larutan tiosulfat 0,01 N sampai warna larutan kuning muda;
- c. Tambahkan 5 mL indikator kanji, dan lanjutkan titrasi sampai titik akhir (warna biru tepat hilang), catat volume larutan penitar yang diperlukan (V_c);
- d. Pipet 25 mL air bebas mineral sebagai blanko ke dalam erlenmeyer asah dan lakukan
- e. langkah – langkah 3. butir a. sampai c. (V_b);
- f. Hitung konsentrasi SO₂ dalam larutan induk tersebut dengan rumus sebagai berikut:

$$C = \frac{(V_b - V_c) \times N \times 32,03 \times 1000}{V_a}$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi SO₂ dalam larutan induk Na₂S₂O₅ (µg/mL);
- V_b adalah volume natrium tio sulfat hasil titrasi blanko (mL);
- V_c adalah volume natrium tio sulfat hasil titrasi larutan induk Na₂S₂O₅ (mL);
- N adalah normalitas larutan natrium tiosulfat 0,01 N (N);
- V_a adalah volume larutan induk Na₂S₂O₅ yang dipipet ke dalam labu erlenmeyer (mL);
- 1.000 adalah konversi gram ke µg;
- 32,03 adalah berat ekivalen SO₂ (BM SO₂/2).

CATATAN Melalui rumus di atas dapat diketahui jumlah (µg) SO₂ tiap mL larutan induk Na₂S₂O₅, sedangkan jumlah (µg) SO₂ untuk tiap mL larutan standar dihitung dengan memperhatikan faktor pengenceran.

4. Pembuatan Kurva Kalibrasi
 - a. Optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat;
 - b. 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 Quantitaion);
 - c. Tambahkan larutan penjerap sampai volume 10 mL;
 - d. Tambahkan 1 mL larutan asam sulfamat 0,6 % dan tunggu sampai 10 menit;

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.2D Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 9 dari 10
CARA UJI KADAR SULFUR DIOKASIDA (SO_2) UDARA AMBIENT DENGAN METODE PARAROSANILIN		

- e. Tambahkan 2 mL larutan formaldehida 0,2 % dan 5 mL larutan pararosanilin, diamkan selama 30 menit;
 - f. Tepatkan dengan air bebas mineral sampai volume 25 mL, lalu homogenkan;
 - g. Ukur serapan masing-masing larutan standar dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm paling lama 30 menit setelah proses homogenisasi (butir f);
 - h. Buat kurva kalibrasi antara serapan dengan jumlah SO_2 (μg).
5. Pengujian Contoh Uji
- a. Pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu takar 25 mL dan bilas impinger dengan 5 mL air bebas mineral;
 - b. Diamkan selama 20 menit;
 - c. Lakukan langkah-langkah pada 4. butir d. sampai g.;
 - d. Baca serapan contoh uji kemudian hitung konsentrasi dengan menggunakan kurva kalibrasi;
 - e. Lakukan langkah 5. butir c. sampai d. untuk pengujian blanko dengan menggunakan 10 mL larutan penjerap.

E. Perhitungan

1. 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 $25^\circ\text{C}, 760 \text{ mmHg (Nm}^3)$;
 Q_i adalah pencatatan laju alir ke $-i$ (Nm^3/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).

2. Konsentrasi SO_2 di udara ambien

$$C = \frac{a}{V} \times 1000$$

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.2D Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 10 dari 10
CARA UJI KADAR SULFUR DIOKASIDA (SO₂) UDARA AMBIENT DENGAN METODE PARAROSANILIN		

Keterangan :

C = Konsentrasi SO₂ di udara ($\mu\text{g}/\text{Nm}^3$)

a = Jumlah SO₂ dari contoh uji hasil perhitungan dari kurva kalibrasi (μg)

V = Volum udara yang dihisap dikoreksi pada kondisi normal 25°C, 760mmHg

1000 = Konversi Liter ke m³

F. Dokumen Acuan

SNI 19-7119.7-2005

G. Dokumen Terkait

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian