



LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1L Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 1 dari 7
CARA UJI KADAR NITRAT SECARA REDUKSI KADMIUM PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

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

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1L Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 2 dari 7
CARA UJI KADAR NITRAT SECARA REDUKSI KADMIUM PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

A. Prinsip

Senyawa nitrat dalam contoh uji direduksi menjadi nitrit oleh kadmium Cd yang dilapisi dengan tembaga Cu dalam suatu kolom. Nitrit total yang terbentuk bereaksi dengan sulfanilamid dalam suasana asam menghasilkan senyawa diazonium. Senyawa diazonium kemudian bereaksi dengan N-naphthyl etilendiamine dihydrochloride yang berwarna merah muda. Senyawa azo setara dengan senyawa diazonium yang setara dengan nitrit total. Warna merah diukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang di sekitar 543 nm

Untuk menentukan nitrit dalam contoh uji dengan nitrit yang berasal dari reduksi nitrat dilakukan penetapan nitrit tanpa melewati contoh uji pada kolom reduksi kadmium

Kadar nitrat diperoleh dengan mengoreksi hasil total nitrat yang didapat dari hasil reduksi dengan hasil nitrit yang diperoleh tanpa melewati kolom reduksi kadmium

B. Bahan

1. Air bebas mineral
2. Serbuk Kalium nitrat
3. Butir Cd dengan ukuran 20-100 mesh
4. Asam Klorida 6 N, HCl

Masukkan 50 mL HCl pekat ke dalam gelas piala 250 mL yang berisi air bebas mineral 50 mL
5. Larutan Tembaga sulfat 2% b/v

Larutkan 20 g CuSO₄ 5 H₂O dalam 500 mL air, tepatkan menjadi 1000 mL
6. Butir kadmium tembaga
 - a. Cuci 25 gram butir kadmium dengan HCl 6 N lalu bilas dengan air sampai pH netral
 - b. Rendam butir Cd Cu dengan 100 mL CuSO₄ 2% selama 5 menit sampai warna biru memucat. Buang larutannya dan ulangi langkah ini sampai terbentuk endapan coklat
 - c. Bilas dengan air untuk menghilangkan endapan Cu

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1L Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 3 dari 7
CARA UJI KADAR NITRAT SECARA REDUKSI KADMIUM PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

7. Larutan pekat amonium klorida-etilendiamin tetra asetat
Larutkan 13 g NH_4Cl dan 1,7 g dinatrium EDTA dengan 900 mL air bebas mineral dalam gelas piala 1000 mL. Atur pH 8,5 dengan NH_4OH kemudian tepatkan menjadi 1000 mL dengan air bebas mineral
8. Larutan NH_4Cl -EDTA encer
Masukkan 300 mL NH_4Cl EDTA pekat dalam gelas piala 500 mL encerkan dengan air bebas mineral menjadi 500 mL
9. Larutan pewarna
Ke dalam 800 mL air bebas mineral dalam gelas piala 1000 mL, tambahkan 100 mL asam posfat 85% dan 10 g sulfanilamid. Setelah larut tambahkan 1 g NED kocok sampai larut. Tepatkan menjadi 1000 mL dengan air bebas mineral. Larutan ini stabil selama 1 bulan dengan penyimpanan dalam botol gelap pada temperatur 4 ± 2 oC

C. Peralatan

1. Spektrofotometer UV-Visible
2. pH meter
3. Labu ukur 50, 100, 1000 mL
4. Pipet volumetrik
5. Gelas ukur 100 mL, 250, 500 dan 1000 mL
6. Gelas piala
7. Oven
8. Desikator
9. Kolom reduksi
10. Neraca Analitik
11. Botol semprot

D. Pengawetan contoh uji

Wadah : botol plastik PE/ gelas

Pengawet dan Lama Penyimpanan : untuk pengujian nitrat nitrit tambahkan H_2SO_4 sampai pH < 2. Lama penyimpanan 28 hari

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1L Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 4 dari 7
CARA UJI KADAR NITRAT SECARA REDUKSI KADMIUM PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

Kondisi penyimpanan : 4 ± 2 oC

E. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Larutan Induk Nitrat, $\text{NO}_3\text{-N}$ 100 mg/L
 - a. Keringkan serbuk Kalium nitrat dalam oven pada suhu 105 oC selama 24 jam kemudian keringkan di desikator
 - b. Timbang 0,722 g Kalium Nitrat (KNO_3) kemudian larutkan dengan 100 mL air suling di dalam labu ukur 1000 mL.
 - c. Tepatkan sampai tanda tera dan homogenkan.
 - d. Awetkan dengan menambahkan CH_3Cl 2 mL/L
 - e. Larutan ini stabil maksimal 6 bulan
2. Pembuatan Larutan Baku Nitrat, 10 mg/L $\text{NO}_3\text{-N}$
 - a. Pipet 100 mL larutan induk nitrat dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 1000 mL.
 - b. Tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera
3. Pembuatan Larutan kerja Nitrat, $\text{NO}_3\text{-N}$
 Buat deret larutan kerja dengan 1 blanko dan minimal 3 kadar yang berbeda dalam labu ukur 100 mL secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran
4. Pembuatan dan uji efisiensi kolom reduksi
 - a. Masukkan glasswool ke dalam kolom reduksi, lalu isi dengan air bebas mineral
 - b. Masukkan butir Cd Cu secukupnya hingga panjang kolom 18,5 cm. Jaga permukaan air selalu lebih tinggi dari butir Cd Cu untuk mencegah gelembung udara terperangkap
 - c. Cuci kolom dengan menggunakan 200 mL N_4Cl EDTA encer
 - d. Atur kecepatan alir pada 7-10 mL/menit
 - e. Lakukan uji efisiensi kolom dengan melewati sedikitnya 100 mL campuran 1:3 standar 1 mg/L $\text{NO}_3\text{-N}$ dan larutan NH_4Cl EDTA pekat

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1L Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 5 dari 7
CARA UJI KADAR NITRAT SECARA REDUKSI KADMIUM PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

- f. Hitung efisiensi kolom reduksi dengan cara melewati satu kadar larutan NO₃-N lalu bandingkan kadar nitrit yang dihasilkan dengan menggunakan kurva kalibrasi dengan larutan kerja NO₂-N yang sama konsentrasinya. Jika efisiensi kolom kurang dari 75% aktifkan kembali butir Cd-Cu

$$Efisiensi = \frac{A}{B} \times 100\%$$

Keterangan :

A adalah kadar nitrit yang dihasilkan dari larutan standar nitrat yang direduksi

B adalah kadar nitrit yang dihasilkan dari kurva larutan standar Nitrit

5. Pembuatan Kurva Kalibrasi

- Optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengujian kadar nitrat.
- Ke dalam masing-masing 25 mL larutan kerja tambahkan 75 mL larutan NH₄CL EDTA pekat lalu kocok
- Lewatkan larutan di atas ke dalam kolom reduksi, atur kecepatan 7-10 mL/menit
- Buang 25 mL tampungan pertama
- Selanjutnya tampung dalam labu
- Ukur 50 mL larutan yang sudah direduksi dan masukkan ke dalam erlenmeyer 50 mL
- Tambahkan 2 mL larutan pewarna dan kocok
- Baca absorbansinya dalam kisaran waktu antara 10 menit sampai 2 jam setelah penambahan larutan pewarna.
- Buat kurva kalibrasi dengan mengukur absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm dan tentukan persamaan garis lurus nya.
- Jika koefisien regresi linear (r) lebih kecil dari 0,995 periksa kondisi alat dan ulangi langkah pembuatannya hingga diperoleh $r \geq 0,995$

6. Cara Uji

- Atur pH contoh uji antara 7-9 dengan menambahkan HCl atau NaOH
- Siapkan 25 mL contoh uji dalam labu 100 mL

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1L Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 6 dari 7
CARA UJI KADAR NITRAT SECARA REDUKSI KADMIUM PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

- c. tambahkan 75 mL larutan NH₄CL EDTA pekat lalu kocok
- d. Lewatkan larutan di atas ke dalam kolom reduksi, atur kecepatan 7-10 mL/menit
- e. Buang 25 mL tampungan pertama
- f. Selanjutnya tampung dalam labu
- g. Ukur 50 mL larutan yang sudah direduksi dan masukkan ke dalam erlenmeyer 50 mL
- h. Tambahkan 2 mL larutan pewarna dan kocok
- i. Baca absorbansinya dalam kisaran waktu antara 10 menit sampai 2 jam setelah penambahan larutan pewarna.
- j. Tentukan kadar nitrit total dari kurva kalibrasi
- k. Uji nitrit secara terpisah dilakukan terhadap 50 mL contoh uji yang sama tanpa dilewatkan kolom reduksi

F. Perhitungan

$$\text{Kadar Nitrat (mg / L)} = A - B$$

A adalah kadar NO₂-N hasil reduksi

B adalah kadar NO₂-N tanpa melewati kolom reduksi

G. Pengendalian Mutu

- a. Gunakan bahan kimia pro analisis.
- b. Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- c. Gunakan alat ukur terkalibrasi.
- d. Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- e. Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melewati batas penyimpanan maksimum
- f. Perhitungan koefisien regresi linier lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intercept lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- g. Lakukan uji efisiensi kolom
- h. Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5-10% dalam satu seri pengukuran atau minimal 1 kali sebagai kontrol kontaminasi.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1L Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 7 dari 7
CARA UJI KADAR NITRAT SECARA REDUKSI KADMIUM PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

- i. Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis, Jika RPD sama dengan 20% lakukan pengukuran ketiga
- j. Lakukan kontrol akurasi dengan spike matriks dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis, kisaran %R adalah 80 – 110 %

H. Dokumen Acuan

SNI 6989.79:2011

I. Dokumen Terkait

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian