



LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1B Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 1 dari 5
<b>CARA UJI KADAR SULFAT PADA AIR DAN 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. 1.1B Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 2 dari 5
<b>CARA UJI KADAR SULFAT PADA AIR DAN AIR LIMBAH</b>		

#### A. Prinsip

Ion sulfat dalam suasana asam bereaksi dengan barium klorida ( $\text{BaCl}_2$ ) membentuk kristal barium sulfat ( $\text{BaSO}_4$ ) yang homogen. Sinar yang diserap oleh koloid barium sulfat diukur dengan *spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm*

#### B. Bahan

1. Air bebas mineral
2. *Media penyaring*
3. Barium Klorida Kristal ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
4. Larutan baku sulfat 1000 mg  $\text{SO}_4^{2-}/\text{L}$   
Larutkan 1,479 g natrium sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) anhidrat dalam air bebas mineral dan encerkan sampai 1000 mL.
5. Larutan *Buffer A*  
Larutkan 30 g  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 5 gram natrium asetat trihidrat ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), 1 gram kalium nitrat ( $\text{KNO}_3$ ), 20 mL asam asetat pekat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  99%) dalam 500 mL air bebas mineral dan tepatkan sampai 1000 mL.
6. Larutan *Buffer B* (Dipakai apabila konsentrasi sulfat dalam contoh kurang dari 10 mg/L). Larutkan 30 gram  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 5 g natrium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ), 1 g kalium nitrat ( $\text{KNO}_3$ ), 0,111 g natrium sulfat anhidrat, 20 mL asam asetat pekat 99% dalam 500 mL air bebas mineral dan tambahkan sampai volume 1000 mL.
7. *Larutan kondisi*  
*Campurkan dengan hati-hati 30 mL larutan HCl pekat, 300 mL air bebas mineral, 100 mL etanol 95% atau isopropanol dan 75 g NaCl ke dalam piala gelas 500 mL tambahkan 50 mL gliserol kemudian homogenkan*

#### C. Peralatan

1. Spektrofotometer, digunakan pada panjang gelombang 420 nm *dengan ukuran kuvet 1 cm*
2. *Labu ukur*

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1B Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 3 dari 5
<b>CARA UJI KADAR SULFAT PADA AIR DAN AIR LIMBAH</b>		

3. *Pipet volumetrik*
4. *Erlenmeyer 250 mL atau gelas piala 250 mL*
5. *stopwatch*
6. *Magnetic Stirrer / alat pengaduk mekanis*
7. *Spatula*
8. *Timbangan analitik dengan keterbacaan 0,1 mg*

#### **D. Persiapan dan Pengawetan Contoh Uji**

1. *Lakukan analisis sesegera mungkin atau dinginkan contoh uji tidak lebih dari 24 jam*
2. *Saring contoh uji untuk menghilangkan zat tersuspensi dengan media penyaring*
3. *Bila contoh uji tidak dapat segera dianalisis, maka contoh uji diawetkan dengan wadah botol plastik polietilen atau gelas, lama penyimpanan 28 hari pada suhu  $\leq 6^{\circ}\text{C}$*

#### **E. Prosedur Kerja**

##### **E.1 Pembuatan larutan kerja sulfat**

*Buat deret larutan kerja dari larutan baku sulfat dengan satu blanko dan minimal 3 kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengujian.*

##### **E.2. Pembuatan kurva kalibrasi**

1. *Operasionalkan dan optimalkan spektrofotometer sesuai dengan petunjuk penggunaan alat*
2. *Pindah masing-masing 100 mL larutan kerja ke dalam Erlenmeyer/gelas piala 250 mL*
3. *Tambahkan 20 mL larutan buffer A atau 5 mL larutan kondisi, aduk dengan alat pengaduk dengan kecepatan konstan. Selama pengadukan tambahkan 1 sendok spatula kristal  $\text{BaCl}_2$  pengadukan diteruskan selama 60 detik  $\pm 2$  detik terhitung dari penambahan  $\text{BaCl}_2$*
4. *Ukur serapannya dengan spektrofotometer panjang gelombang 420 nm pada waktu 5 menit  $\pm 0,5$  menit sesudah pengadukan berhenti*
5. *Buat kurva kalibrasi atau tentukan persamaan garis regresi*

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1B Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 4 dari 5
<b>CARA UJI KADAR SULFAT PADA AIR DAN AIR LIMBAH</b>		

### E.3. Pengujian sampel

1. *Ambil secara kuantitatif 100 mL contoh uji atau sejumlah contoh uji yang telah diencerkan ke Erlenmeyer/gelas piala 250 mL.*
2. *Tambahkan 20 mL larutan buffer A atau 5 mL larutan kondisi, aduk dengan alat pengaduk dengan kecepatan konstan. Selama pengadukan tambahkan 1 sendok spatula kristal  $\text{BaCl}_2$  pengadukan diteruskan selama 60 detik  $\pm 2$  detik terhitung dari penambahan  $\text{BaCl}_2$*
3. *Ukur serapannya dengan spektrofotometer panjang gelombang 420 nm pada waktu 5 menit  $\pm 0,5$  menit sesudah pengadukan berhenti*
4. *Catat serapannya*
5. *Untuk contoh berwarna dan keruh, gunakan contoh uji sebagai blanko dan lakukan langkah 1 sampai 4 tanpa penambahan  $\text{BaCl}_2$ .*
6. *Bila kadar sampel hasil pengukuran lebih kecil dari 5 mg/L maka ulangi langkah 1 sampai 4 dengan buffer B.*

### F. Perhitungan

Kadar Sulfat ( mg  $\text{SO}_4^{2-}/\text{L}$  ) = Konsentrasi pembacaan x Faktor pengenceran

Jika dilakukan koreksi terhadap warna atau turbiditas, maka :

( Kadar  $\text{SO}_4^{2-}$  dari kurva – Kadar  $\text{SO}_4^{2-}$  tanpa penambahan  $\text{BaCl}_2$ .)

### G. Pengendalian mutu

- a. *Gunakan bahan kimia berderajat pro analisis (p.a)*
- b. *Gunakan alat gelas bebas kontaminan*
- c. *Gunakan alat ukur yang terkalibrasi*
- d. *Dikerjakan oleh analis/penguji yang kompeten.*
- e. *Lakukan uji dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum 28 hari*
- f. *Koefisien korelasi lebih besar atau sama dengan 0,995*
- g. *Lakukan kontrol akurasi dengan salah satu standar kerja dengan frekuensi 5%-10% dari jumlah contoh uji atau minimal 1 kali untuk 1 batch. Kisaran persen temu balik standar kerja 90-110 %*
- h. *Lakukan analisis duplo untuk control ketelitian dengan frekuensi 5% sampai 10% dari jumlah contoh uji atau 1 kali jika jumlah contoh uji kurang dari 10.*

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1B Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 5 dari 5
<b>CARA UJI KADAR SULFAT PADA AIR DAN AIR LIMBAH</b>		

Jika relatif persen deviasi (RPD) lebih besar atau sama dengan 10%, lakukan pengukuran ketiga untuk mendapatkan RPD kurang dari 10%.

$$\%RPD = \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{Hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \times 100 \%$$

- i. Lakukan analisis spike matrix untuk kontrol akurasi dengan frekuensi 5% sampai dengan 10% dari jumlah contoh uji atau 1 kali jika jumlah contoh uji kurang dari 10. Kisaran persen temu balik ( recovery) antara 90% sampai 110%.

#### **H. Dokumen Acuan**

*SNI 6989.20 : 2019*

#### **I. Dokumen Terkait**

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian