

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1B Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 1 dari 5
CARA UJI KADAR SULFAT 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-5.4.1.1B Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 2 dari 5
CARA UJI KADAR SULFAT PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

A. Prinsip

Ion sulfat dalam suasana asam bereaksi dengan barium klorida (BaCl_2) membentuk kristal barium sulfat (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 (Na_2SO_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 (KNO_3), 20 mL asam asetat pekat (CH_3COOH 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 (CH_3COONa), 1 g kalium nitrat (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	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1B Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 3 dari 5
CARA UJI KADAR SULFAT PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

3. *Pipet volumetrik*
4. *Erlemeyer 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 BaCl₂ pengadukan diteruskan selama 60 detik ± 2 detik terhitung dari penambahan BaCl₂*
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	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1B Revisi/ Edisi : 1/7 Tanggal Terbit : 4 Januari 2021 Halaman : 4 dari 5
CARA UJI KADAR SULFAT PADA AIR DAN AIR LIMBAH		

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 BaCl₂ pengadukan diteruskan selama 60 detik ±2 detik terhitung dari penambahan BaCl₂
3. Ukur serapannya dengan spektrofotometer panjang gelombang 420 nm pada waktu 5 menit ± 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 BaCl₂.
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 SO₄²⁻/L) = Konsentrasi pembacaan x Faktor pengenceran

Jika dilakukan koreksi terhadap warna atau turbiditas, maka :

(Kadar SO₄²⁻ dari kurva – Kadar SO₄²⁻ tanpa penambahan BaCl₂.)

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.

CARA UJI KADAR SULFAT PADA AIR DAN AIR LIMBAH

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

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

- 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