



LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB 5.4.1.1AJ Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 1 dari 5
<b>CARA UJI KADAR Cr VI 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 5.4.1.1AJ Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 2 dari 5
<b>CARA UJI KADAR Cr VI PADA AIR DAN AIR LIMBAH</b>		

#### **A. Prinsip**

Ion krom heksavalen bereaksi dengan difenilkarbazid dalam suasana asam membentuk senyawa kompleks berwarna merah ungu yang menyerap cahaya tampak pada panjang gelombang 530 atau 540. Serapannya yang diukur pada panjang gelombang tersebut sebanding dengan kadar krom heksavalen

#### **B. Bahan**

1. Air bebas mineral
2. Serbuk kaliumdikromat
3. Asam Sulfat 0,2 N

Larutkan 2,8 ml asam sulfat pekat pa ke dalam 500 ml air bebas mineral dalam piala gelas

4. Asam ortoposfat pekat pa
5. Larutan difenilkarbazid

Larutkan 250 mg difenilkarbazid ke dalam 50 ml aseton, simpan dalam botol amber, dapat disimpan 1 minggu bila warna belum berubah

6. NaOH 1 N

Larutkan 40 g NaOH dalam 1 L air bebas mineral

#### **C. Peralatan**

1. Spektrofotometer UV-VIS 2450
2. pH meter
3. Labu Ukur 100 mL
4. Piala gelas
5. Gelas ukur 100 mL
6. Pipet volumetrik
7. Pipet ukur
8. Botol gelas
9. Seperangkat alat saring vakum
10. Saringan membran 0,45  $\mu$ m
11. Neraca analitik
12. Labu semprot
13. Desikator
14. Oven

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB 5.4.1.1AJ Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 3 dari 5
<b>CARA UJI KADAR Cr VI PADA AIR DAN AIR LIMBAH</b>		

#### D. Pengawetan Contoh Uji

- Wadah : Botol plastik PE  
 Pengawet : Atur pH hingga 9 dengan penambahan NaOH  
 Lama Penyimpanan : 30 hari  
 Kondisi penyimpanan :  $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$   
 Jika tidak diawetkan lama penyimpanan 24 jam pada suhu  $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$

#### E. Prosedur Kerja

- Persiapan contoh uji  
 Siapkan contoh uji yang telah disaring menggunakan saringan membran berpori  $0,45\ \mu\text{m}$
- Pembuatan Larutan Induk Cr VI 500 mg/L
  - Larutkan 141,4 mg  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  kering oven dengan air bebas mineral dalam labu ukur 100 ml
  - Hitung kadar krom berdasarkan hasil penimbangan
- Pembuatan larutan baku Cr VI 50 mg/L  
 Pipet 10 ml larutan induk Cr VI 500 mg/L, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, tepatkan hingga tanda tera
- Pembuatan larutan baku Cr VI 5 mg/L  
 Pipet 10 ml larutan induk Cr VI 50 mg/L, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, tepatkan hingga tanda tera
- Pembuatan larutan kerja
  - Buat deret larutan kerja dengan satu blanko dan minimal 3 kadar yang berbeda secara proporsional yang berada pada rentang pengukuran.
  - Masukkan ke dalam gelas piala 100 ml, kemudian tambahkan 0,25 ml (3 tetes)  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ke dalam masing-masing larutan kerja
  - Atur pH larutan kerja hingga  $\text{pH } 2 \pm 0,5$  dengan penambahan asam sulfat 0,2 N
  - Pindahkan larutan kerja ke dalam labu ukur 100 ml, tepatkan hingga tanda tera dengan air bebas mineral
  - Tambahkan 2 ml difenilkarbazid, kocok dan diamkan 5-10 menit
  - Larutan kerja siap diukur serapannya
- Pembuatan kurva kalibrasi

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB 5.4.1.1AJ Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 4 dari 5
<b>CARA UJI KADAR Cr VI PADA AIR DAN AIR LIMBAH</b>		

- a. Optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengujian kadar Cr VI.
  - b. Ukur serapan masing-masing larutan kerja kemudian catat dan plotkan terhadap kadar logam Cr VI
  - c. Buat kurva kalibrasi dan tentukan persamaan garis lurus
  - d. Jika koefisien korelasi regresi linier  $r < 0,995$  periksa kondisi alat dan ulangi langkah a-c sampai diperoleh  $r \geq 0,995$
7. Pengukuran Contoh uji
- a. Pipet sejumlah contoh (V) kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala 100 ml, tambahkan 0,25 ml (3 tetes)  $H_3PO_4$  dan atur pH larutan kerja hingga  $pH 2 \pm 0,5$  dengan penambahan asam sulfat 0,2 N
  - b. Pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu ukur 100 ml, tepatkan hingga tanda tera dengan air bebas mineral. Tambahkan 2 ml difenilkarbazid, kocok dan diamkan 5-10 menit
  - c. Ukur serapannya pada panjang gelombang 530 atau 540 nm

#### F. Perhitungan

$$Cr\ VI\ mg/L = C \times \frac{102}{V} \times fp$$

C adalah kadar Cr VI yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L)

102 adalah volume akhir (mL)

V adalah volume contoh uji (mL)

Fp adalah faktor pengenceran

#### G. Pengendalian Mutu

1. Gunakan bahan kimia pro analisis
2. Gunakan alat gelas bebas kontaminasi
3. Gunakan alat ukur terkalibrasi
4. Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui batas waktu simpan maksimum
5. Perhitungan koefisien regresi linier lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intercept lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.



LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB 5.4.1.1AJ Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 5 dari 5
<b>CARA UJI KADAR Cr VI PADA AIR DAN AIR LIMBAH</b>		

6. Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5-10% dalam satu seri pengukuran atau minimal 1 kali sebagai kontrol kontaminasi.
7. 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
8. 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 6989.71-2009

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

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian