

LABORATORIUM
BALAI RISET DAN
STANDARDISASI INDUSTRI
PALEMBANG

INSTRUKSI KERJA

Nomor : IK-LAB 5.4.1.1AJ
Revisi/ Edisi : 0/7
Tanggal Terbit : 23 Desember 2020
Halaman : 1 dari 5

CARA UJI KADAR Cr VI 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 5.4.1.1AJ Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 2 dari 5 |
| CARA UJI KADAR Cr VI PADA AIR DAN AIR LIMBAH | | |

A. Prinsip

Ion krom heksavalen bereaksi dengan difenilkbazid 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 pada dalam 500 ml air bebas mineral dalam piala gelas

4. Asam ortoposfat pekat pada
5. Larutan difenilkbazid

Larutkan 250 mg difenilkbazid 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 μm
11. Neraca analitik
12. Labu semprot
13. Desikator
14. Oven

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

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

1. Persiapan contoh uji
 Siapkan contoh uji yang telah disaring menggunakan saringan membran berpori $0,45 \mu\text{m}$
2. Pembuatan Larutan Induk Cr VI 500 mg/L
 - a. Larutkan 141,4 mg K₂Cr₂O₇ kering oven dengan air bebas mineral dalam labu ukur 100 ml
 - b. Hitung kadar krom berdasarkan hasil penimbangan
3. 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
4. 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
5. Pembuatan larutan kerja
 - a. Buat deret larutan kerja dengan satu blanko dan minimal 3 kadar yang berbeda secara proporsional yang berada pada rentang pengukuran.
 - b. Masukkan ke dalam gelas piala 100 ml, kemudian tambahkan 0,25 ml (3 tetes) H₃PO₄ ke dalam masing-masing larutan kerja
 - c. Atur ph larutan kerja hingga ph $2 \pm 0,5$ dengan penambahan asam sulfat 0,2 N
 - d. Pindahkan larutan kerja ke dalam labu ukur 100 ml, tepatkan hingga tanda tera dengan air bebas mineral
 - e. Tambahkan 2 ml difenikarbazid, kocok dan diamkan 5-10 menit
 - f. Larutan kerja siap diukur serapannya
6. Pembuatan kurva kalibrasi

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

- 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 koefien 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 dimasukan ke dalam gelas piala 100 ml, tambahkan 0,25 ml (3 tetes) H₃PO₄ 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

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

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 | INSTRUKSI KERJA | Nomor : IK-LAB 5.4.1.1AJ Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 23 Desember 2020 Halaman : 5 dari 5 |
| CARA UJI KADAR Cr VI PADA AIR DAN AIR LIMBAH | | |

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