

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1M Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 1 dari 4
CARA UJI KADAR NITRIT PADA AIR LIMBAH		

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

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1M Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 2 dari 4
CARA UJI KADAR NITRIT PADA AIR LIMBAH		

A. Prinsip

Nitrit dalam suasana asam pada pH 2.0 – 2.5 akan bereaksi dengan sulfanilamid (SA) dan *N*-(1-naphthyl)ethylene diamine dihydrochloride (*NED dihydrochloride*) membentuk senyawa azo yang berwarna merah keunguan. Warna yang terbentuk diukur absorbansinya secara spektrofotometri pada panjang gelombang maksimum 543 nm.

B. Bahan

1. Larutan Induk Nitrit 250 ppm
 - a. Larutkan 0,1234 g natrium nitrit, NaNO_2 dengan air suling 100 mL di dalam labu ukur 250 mL.
 - b. Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.
2. Pembuatan Larutan Intermediate Nitrit 50 ppm
Pipet 10 mL Larutan Induk Nitrit 250 ppm dan masukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.
3. Pembuatan Larutan Baku Nitrit 0.5 ppm
Pipet 1 mL Larutan Intermediate 50 ppm dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan homogenkan.
4. Larutan Sulfanilamida ($\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$)
 - a. Larutkan 1 gram sulfanilamida dalam campuran 60 mL air suling dan 10 mL HCl pekat.
 - b. Encerkan dengan air suling sampai 100 mL.
5. Larutan *NED Dihydrochloride*
Larutkan 0,05 gram *N*-(1-naphthyl) ethylene diamine dihydrochloride (*NED dihydrochloride*) dalam 50 mL air suling. Simpan dalam botol gelap dan ganti setiap bulan atau apabila larutan berwarna coklat.
6. Air suling

C. Peralatan

1. Spektrofotometer UV-VIS 2450
2. Neraca analitik
3. Erlenmeyer 100 mL
4. Labu Ukur 50 mL dan 100 mL
5. Gelas ukur 50 mL
6. Pipet ukur 5 mL dan 10 mL

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1M Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 3 dari 4
CARA UJI KADAR NITRIT PADA AIR LIMBAH		

7. Pipet volumetrik 1 mL, 2 mL, 5 mL, 10 mL, 20 mL, dan 50 mL

D. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Larutan Kerja Nitrit
 - a. Pipet 0 ml; 1 ml; 2 ml; 5 ml; 10 mL; 15 mL; dan 20 ml larutan baku nitrit 0.5 ppm dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 50 ml.
 - b. Tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera sehingga diperoleh kadar nitrit 0 ppm ; 0.01 ppm; 0.02 ppm; 0.05 ppm; 0.1 ppm; 0.15 ppm; dan 0.20 ppm.
2. Pembuatan kurva kalibrasi
 - a. Optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengujian kadar nitrit.
 - b. Tambahkan 1 ml Larutan Sulfanilamida ke dalam masing-masing 50 mL larutan kerja, kocok dan biarkan 2 menit sampai dengan 8 menit.
 - c. Tambahkan 1 ml Larutan *NED Dihydrochlorida*, kocok dan biarkan selama 10 menit, kemudian segera lakukan pengukuran absorbansi (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam).
 - d. Baca masing-masing absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm.
 - e. Buat kurva kalibrasinya dan tentukan persamaan garisnya.
3. Cara uji
 - a. Pipet 50 ml contoh uji kemudian dimasukan ke dalam erlenmayer 100 ml.
 - b. Tambahkan 1 ml Larutan Sulfanilamida, kocok dan biarkan 2 menit sampai dengan 8 menit.
 - c. Tambahkan 1 ml Larutan *NED Dihydrochlorida*, kocok dan biarkan selama 10 menit. Segera lakukan pengukuran absorbansi (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam).
 - d. Baca absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm.

E. Perhitungan

$$\text{Kadar nitrit (mg/L)} = \frac{(\text{Absorbansi} - \text{Intercept})}{\text{Slope}}$$

F. Jaminan Mutu

1. Gunakan bahan kimia pro analisis
2. Gunakan alat gelas bebas kontaminasi
3. Gunakan alat ukur terkalibrasi

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1M Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 4 dari 4
CARA UJI KADAR NITRIT PADA AIR LIMBAH		

4. Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui batas waktu simpan maksimum 48 jam

G. Pengendalian Mutu

1. Linearitas kurva harus $> 0,99$
2. Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi. Kadar nitrit dalam blanko harus lebih kecil dari batas deteksi
3. Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian. Perbedaan hasil analisis duplo tidak boleh lebih dari 5%

H. Dokumen Acuan

SNI 06-6989.9-2004

I. Dokumen Terkait

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian