

ANALISA PENGUJIAN KADAR ASAM SULFAT PEKAT TEKNIS DENGAN METODE QUALIFICATION AND VERIFICATION METHOD

Eko Juliansyah¹, Dimas Hardiansyah², Hilmy Fauzi³, Yudi Prastyo⁴

Fakultas Teknik Universitas Pelita Bangsa

Email: ekoojuliansyah@gmail.com, dimashardiansyah12tkr3@gmail.com,
hilmyfauzi10@gmail.com, yudi.prastyo@pelitabangsa.ac.id

Received: 10-06-2025

Revised: 20-06-2025

Approved: 02-07-2025

Abstrack

Asam sulfat (H_2SO_4) merupakan salah satu bahan kimia anorganik yang sangat penting dalam berbagai industri, sehingga memerlukan analisis kualitas yang tepat, akurat, dan andal. Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi kandungan asam sulfat pekat bermutu teknis menggunakan metode kualifikasi dan verifikasi. Pendekatan ini dilakukan untuk memastikan bahwa sistem dan peralatan pengujian berfungsi secara optimal serta mampu menghasilkan data yang valid. Tahapan kualifikasi mencakup Kualifikasi Desain (DQ), Kualifikasi Instalasi (IQ), Kualifikasi Operasional (OQ), dan Kualifikasi Kinerja (PQ), yang seluruhnya digunakan untuk menjamin kinerja alat secara menyeluruh. Metode analisis yang digunakan adalah titrasi menggunakan larutan standar natrium hidroksida (NaOH), dengan konsentrasi 0,75 N. Data hasil titrasi dianalisis secara statistik untuk menilai akurasi, presisi, serta efisiensi metode. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penggunaan larutan NaOH 0,75 N memberikan hasil yang konsisten, akurat, serta secara signifikan menurunkan biaya operasional tanpa mengorbankan mutu analisis. Dengan demikian, metode ini terbukti memenuhi persyaratan kualitas dan dapat diadopsi secara luas dalam pengujian rutin asam sulfat teknis.

Kata Kunci : Kualifikasi, Verifikasi, Titrasi, NaOH, Validasi, Akurasi, Presisi, Efisiensi, Analisis

PENDAHULUAN

Asam sulfat (H_2SO_4) pekat dengan mutu teknis merupakan salah satu bahan kimia anorganik yang sangat penting dan banyak digunakan dalam berbagai sektor industri seperti pupuk, pengolahan logam, petrokimia, farmasi, serta pengolahan limbah. Kualitas dan kemurnian asam sulfat perlu dipastikan secara akurat karena dapat berdampak langsung pada efisiensi proses produksi dan kualitas produk akhir. Salah satu metode yang umum digunakan untuk analisis kandungan asam sulfat adalah metode titrasi asam-basa menggunakan larutan standar natrium hidroksida (NaOH), yang dikenal karena kesederhanaan, efektivitas, dan biaya operasional yang relatif rendah. Namun demikian, agar metode ini benar-benar dapat diandalkan, diperlukan sistem pengujian dan peralatan yang telah melalui proses kualifikasi dan verifikasi sesuai standar industri.

Masalah utama dalam penelitian ini adalah belum dilaksanakannya kualifikasi menyeluruh terhadap peralatan analisis, yang mencakup Kualifikasi Desain (Design Qualification/DQ), Kualifikasi Instalasi (Installation Qualification/IQ), Kualifikasi Operasional (Operational Qualification/OQ), dan Kualifikasi Kinerja (Performance

Qualification/PQ). Ketiadaan proses kualifikasi yang sistematis dapat menimbulkan ketidakpastian pada hasil pengujian. Selain itu, belum terdapat banyak studi yang secara spesifik mengkaji dan mengoptimalkan konsentrasi larutan titran NaOH, khususnya pada 0,75 N, dalam kaitannya dengan efisiensi biaya dan performa analitis. Di sisi lain, analisis statistik terhadap data hasil titrasi—terutama terkait akurasi, presisi, dan stabilitas larutan NaOH—juga masih jarang dilakukan secara menyeluruh untuk mendukung validasi metode dalam konteks operasional laboratorium rutin.

Berdasarkan literatur terbaru, pendekatan lifecycle berbasis tahapan DQ, IQ, OQ, dan PQ telah menjadi standar dalam sistem validasi di industri farmasi dan kimia, sebagaimana dijelaskan oleh Badia et al. (2023) dalam *Journal of Pharmaceutical Quality*. Penerapan sistem ini memastikan alat yang digunakan dalam analisis memenuhi syarat teknis dan regulatory. Selain itu, menurut penelitian oleh Wang et al. (2022), metode titrasi asam-basa tetap menjadi teknik yang relevan dalam analisis kuantitatif, selama dikombinasikan dengan evaluasi statistik berbasis parameter seperti %recovery, %RSD, dan linearitas. Studi mereka menunjukkan bahwa penggunaan larutan NaOH pada konsentrasi yang lebih tinggi, seperti 0,75 N, dapat meningkatkan efisiensi proses tanpa mengorbankan akurasi. Hal ini sejalan dengan laporan oleh Zulfikar dan Rahmawati (2021) dalam *Indonesian Journal of Analytical Chemistry*, yang menyebutkan bahwa stabilitas larutan NaOH menjadi faktor penting karena sifatnya yang mudah menyerap CO₂ dari udara, yang dapat memengaruhi hasil titrasi.

Dengan latar belakang tersebut, tujuan dari penelitian ini adalah untuk menerapkan metode kualifikasi dan verifikasi pada sistem analisis titrasi asam sulfat menggunakan larutan NaOH 0,75 N. Penelitian ini juga bertujuan untuk mengevaluasi parameter performa analitis seperti akurasi, presisi, dan efisiensi biaya secara statistik agar dapat menghasilkan metode yang tidak hanya handal, tetapi juga layak digunakan secara rutin dalam pengujian mutu teknis asam sulfat.

KAJIAN PUSTAKA

Analisis titrasi asam sulfat menggunakan NaOH sebagai titran terbukti dapat menghasilkan data yang akurat dan andal, sesuai dengan mekanisme diprotik H₂SO₄ dan praktik titrasi standar yang menyarankan penggunaan indikator phenolphthalein atau bromothymol blue untuk end point mendekati pH netral

Validasi metode titrasi tersebut sering kali melibatkan evaluasi statistik akurasi, presisi (RSD < 0,1 %), linearitas (R² ≈ 0,9999), serta pengendalian kesalahan sistematis melalui regresi, seperti yang diterapkan dalam studi laboratorium modern dengan replikasi data yang memadai. Selain itu, publikasi USP 2021 dan panduan Mettler Toledo menjelaskan secara rinci prosedur validasi titrasi—termasuk standarisasi titran dan analisis statistik hasil titrasi.

Dalam konteks kualitas laboratorium, penerapan kualifikasi peralatan komprehensif sangat krusial. Tahapan Kualifikasi Desain (DQ), Instalasi (IQ), Operasional (OQ), dan Kinerja (PQ) difokuskan pada memastikan alat yang dipakai telah memenuhi spesifikasi desain, diinstalasi dengan benar, berfungsi sesuai operasional, dan mampu menghasilkan hasil yang konsisten selama penggunaan formatif. Panduan dari FDA dan ISO/IEC 17025 menekankan pentingnya dokumentasi formal dan

pengujian ulang setelah perbaikan atau relokasi alat . Studi kasus pada instrumen analitik—seperti HPLC, spektrofotometer, dan titrator otomatis—menunjukkan bahwa sistem 4Q/3Q ini efektif dalam mendeteksi deviasi operasional dan menjaga integritas data .

Metode alternatif seperti ICP-AES, spektroskopi, turbidimetri, flow-injection, dan sistem sensori optik juga mendapat perhatian, meski biasanya memiliki biaya dan kompleksitas lebih tinggi. Namun, mereka menawarkan kecepatan dan sensitivitas yang dapat diandalkan sebagai pembanding metode titrasi . Contohnya, validasi metode fotometrik cepat untuk SO_2 menunjukkan linearitas sempurna ($R^2 = 1,0$), presisi $< 4 \%$, serta kesesuaian statistik terhadap metode konvensional .

Secara keseluruhan, literatur terbaru mendukung bahwa metode titrasi H_2SO_4 -NaOH dapat mencapai kualitas analisis tinggi bila dilakukan dengan protokol titrasi tepat, validasi statistik komprehensif, dan kualifikasi peralatan DQ-IQ-OQ-PQ. Kombinasi ini memastikan bahwa laboratorium mampu menghasilkan data asam sulfat bermutu teknis secara efisien, terpercaya, dan ekonomis.

Metodologi Penelitian



Gambar 1. Kerangka Pemikiran

Pertama adalah identifikasi, yaitu melakukan deteksi awal keberadaan H_2SO_4 pekat dalam sampel menggunakan metode kualitatif. Proses ini bertujuan untuk memastikan bahwa senyawa yang akan dianalisis benar-benar asam sulfat dan layak untuk ditindaklanjuti ke tahap berikutnya. Setelah itu, dilanjutkan dengan menguraikan permasalahan utama, yaitu bagaimana memastikan bahwa H_2SO_4 pekat tersebut

memenuhi spesifikasi mutu yang dibutuhkan dalam konteks penggunaannya, baik di bidang industri maupun laboratorium. Menyusul tahap perumusan masalah, ditentukan tujuan penelitian, yakni untuk mengukur kadar persen H₂SO₄ pekat secara kuantitatif agar diperoleh nilai konsentrasi aktual yang akurat dan terverifikasi.

Selanjutnya, penelitian memasuki tahap analisis, yang dilakukan melalui metode titrasi asam-basa menggunakan larutan standar natrium hidroksida (NaOH). Titrasi ini dilakukan hingga tercapai titik ekuivalen untuk menghitung kandungan H₂SO₄ berdasarkan volume larutan NaOH yang digunakan. Tahap terakhir adalah kesimpulan, di mana hasil analisis tersebut digunakan untuk menilai apakah H₂SO₄ pekat dalam sampel memenuhi kriteria spesifikasi yang telah ditentukan. Dengan demikian, seluruh rangkaian langkah ini disusun secara logis dan sistematis untuk menjamin keakuratan hasil dan validitas metode analisis yang diterapkan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Design Qualification

Proses ini memastikan bahwa seluruh desain sistem laboratorium dan instrumen yang akan digunakan untuk pengujian kadar asam sulfat pekat

1. Desain Sistem dan Fasilitas

Tabel 1 Desain Sistem dan Fasilitas

Komponen	Deskripsi	Persyaratan
Laboratorium	Area khusus untuk pengujian bahan kimia korosif	Tersedia ventilasi, sistem pencahayaan
Meja kerja	Material tahan terhadap asam kuat	Terbuat dari resin epoxy atau keramik tahan kimia
Sistem air & drainase	Aman untuk pembuangan limbah asam	Jalur limbah dilengkapi netralisasi sebelum ke saluran umum

2. Instrumen pendukung

Tabel 2 Instrumen pendukung

Komponen	Deskripsi	Persyaratan
Labu Ukur 100 mL	Dapat menampung dalam ukuran 100 mL	Terbuat dari kaca gelas
Gelas Ukur 250 mL	Dapat menampung dalam ukuran 250 mL	Terbuat dari kaca gelas
Klem Buret	Dapat menahan buret	Terbuat dari besi dan material karet
Kaki Buret	Dapat menyangga	Terbuat dari material besi
Buret 50 mL	Dapat menampung dalam ukuran 50 mL	Terbuat dari material kaca gelas
Gelas Erlenmeyer 250 mL	Dapat menampung dalam ukuran 250 mL	Terbuat dari kaca gelas

3. Instrumen keamanan keselamatan

Tabel 3 Instrumen keamanan keselamatan

Komponen	Rincian
Alat Pelindung Diri (APD)	Sarung tangan tahan asam, goggles, lab coat, apron kimia
Eyewash & safety shower	Ditempatkan dekat area kerja
Safety Sign dan SDS (Safety Data Sheet)	Semua botol dan wadah harus diberi Safety Sign sesuai GHS dan disertai SDS

4. *Operation Qualification*

Proses ini memverifikasi bahwa semua peralatan laboratorium, alat ukur, dan lingkungan kerja beroperasi sesuai dengan parameter dan batas toleransi yang telah ditentukan.

Tabel 4 Operation Qualification

Komponen	Deskripsi	Persyaratan
Labu Ukur 100 mL	Telah dilakukan kalibrasi	Dilakukan kalibrasi minimal 1 kali dalam 12 bulan
Buret 50 mL	Telah dilakukan kalibrasi	Dilakukan kalibrasi minimal 1 kali dalam 12 bulan

5. Proses Qualification

Process Qualification (PQ) adalah tahap akhir dalam rangkaian kualifikasi sistem atau metode pengujian—dilakukan setelah Design Qualification (DQ) dan Operational Qualification (OQ). Tujuannya adalah untuk membuktikan secara dokumentatif bahwa metode pengujian asam sulfat mampu menghasilkan hasil yang konsisten dan valid saat digunakan dalam kondisi operasional nyata, oleh personel yang ditugaskan, dengan bahan kimia dan peralatan yang tersedia.

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari data maka dihasilkan sebagai berikut

Tabel 5

Normalitas NaOH	Bobot NaOH	Bobot As. Oksalat 1	Bobot As. Oksalat 2
0.5	10g	12,6003	12,6003
0.75	15g	18,9001	18,9001
1.0	20g	25,201	25,201
1.5	30g	37,8003	37,8003
2.0	40g	50,4005	50,4005

Tabel 6

Volume Standarisasi 1	Volume Standarisasi 2	Konsentrasi
-----------------------	-----------------------	-------------

25,05	25	0.5	
25,02	25,05		1
25,02	25	0.75	
25,02	25,05	1.5	
25	25		2

Gambar Table 7

Volume Standarisasi 1	Volume Standarisasi 2	Konsentrasi	
25,05	25	0.5	
25,02	25,05		1
25,02	25	0.75	
25,02	25,05	1.5	
25	25		2

6. Akurasi

Akurasi dapat ditinjau dari kedekatan hasil pengukuran terhadap nilai yang diharapkan atau nilai sejati. Dalam data yang ditampilkan, seluruh nilai hasil standarisasi dari masing-masing konsentrasi NaOH menunjukkan volume titrasi yang sangat mendekati nilai ideal (sekitar 25 mL), tanpa penyimpangan yang signifikan. Khusus untuk larutan NaOH 0,75 N, volume standarisasi sebesar 25,02 mL dan 25,00 mL menunjukkan kestabilan dan konsistensi terhadap titik ekuivalen yang sesuai secara stoikiometri. Ini mengindikasikan bahwa metode dengan NaOH 0,75 N mampu memberikan hasil yang akurat dalam mengukur kadar asam sulfat.

7. Presisi

Presisi menunjukkan konsistensi atau keterulangan hasil pengukuran. Dari Tabel 5, terlihat bahwa berat asam oksalat yang diperoleh pada dua kali pengujian untuk NaOH 0,75 N adalah 18,9001 g untuk kedua pengulangan. Ini menunjukkan bahwa hasil uji sangat reproducible, tanpa adanya variasi antar replikasi. Hal yang sama juga berlaku pada volume standarisasi di Tabel 6 dan 7, yang menunjukkan hasil yang sangat stabil dan konsisten, membuktikan bahwa penggunaan NaOH 0,75 N memberikan presisi tinggi dalam analisis ini.

7. Efisiensi Biaya (Cost Efficiency)

Aspek efisiensi biaya menjadi penting dalam pengujian laboratorium, terutama untuk penggunaan rutin dalam skala industri. Penggunaan NaOH 0,75 N terbukti memberikan hasil yang akurat dan presisi tinggi, namun dengan jumlah reagen yang lebih sedikit dibandingkan NaOH 1 N atau 2 N. Misalnya, dibandingkan dengan penggunaan NaOH 2 N yang membutuhkan lebih banyak massa zat (40 g NaOH dan >50 g asam oksalat), metode dengan NaOH 0,75 N hanya membutuhkan 15 g NaOH dan 18,9001 g asam oksalat, sehingga jelas memberikan penghematan bahan kimia secara signifikan. Hal ini secara langsung menurunkan biaya operasional, baik dari segi pembelian reagen maupun pengolahan limbah bahan kimia.

KESIMPULAN

Berdasarkan keseluruhan proses analisis dan data yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa metode kualifikasi dan verifikasi yang diterapkan dalam pengujian

kadar asam sulfat pekat telah berjalan sesuai standar dan memenuhi persyaratan validasi metode. Dimulai dari tahapan *Design Qualification (DQ)* yang mencakup kesiapan fasilitas laboratorium, peralatan analisis, dan aspek keamanan kerja; dilanjutkan dengan *Operational Qualification (OQ)* yang memastikan semua alat ukur telah dikalibrasi dengan benar; serta *Process Qualification (PQ)* yang membuktikan bahwa metode mampu digunakan dalam kondisi operasional aktual dengan hasil yang konsisten dan valid.

Dari hasil uji laboratorium, ditemukan bahwa penggunaan larutan standar NaOH dengan konsentrasi 0,75 N merupakan pilihan paling optimal berdasarkan tiga parameter utama: akurasi, presisi, dan efisiensi biaya. Volume titrasi yang mendekati nilai ideal (sekitar 25 mL) menunjukkan akurasi tinggi, sementara hasil pengukuran yang konsisten tanpa deviasi mencerminkan presisi yang andal. Selain itu, penggunaan NaOH 0,75 N membutuhkan jumlah reagen yang lebih sedikit dibandingkan konsentrasi yang lebih tinggi (seperti 1,5 N dan 2 N), sehingga secara nyata memberikan efisiensi biaya tanpa mengorbankan mutu hasil.

Dengan demikian, metode titrasi menggunakan larutan standar NaOH 0,75 N dapat direkomendasikan sebagai prosedur rutin dalam pengujian kadar asam sulfat teknis, baik di lingkungan laboratorium riset maupun industri, karena mampu menjamin kualitas, keamanan, dan efisiensi operasional secara simultan.

DAFTAR PUSTAKA

- A Basic Guide to IQ, OQ, PQ in FDA-Regulated Industries. (2024). *The FDA Group Blog*.
- A comparative study of Mohr, Fajans, and Volhard techniques. (2024). *Analytical Chemistry Journal*.
- A reagent-free acid–base titration method via an electro-dialytic titrant. (2021). *Analytica Chimica Acta*.
- Kulwant, G. S., Rawat, S., Jaybhaye, S., Muley, Y., & Phoke, S. (2024). A Review on Qualification of Laboratory Equipment. *EPRA International Journal of Multidisciplinary Research*, 10(11). doi: 10.36713/epra2013
- A Review on Validation. (2024). *IRJMETS*, 11.
- Development and validation of an acid/alkaline digestion method for heavy metals monitoring. (2024). *Environmental Research*.
- Development of analytical methods and method validation for the monitoring of pharmaceuticals. (2024). *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*.
- Equipment Validation and Calibration in Pharma. (2024). *JETIR*, 11(6).
- Max, J.-J., Ménichelli, C., & Chapados, C. (2000). Infrared Titration of Aqueous Sulfuric Acid. *J. Phys. Chem. A*.
- Harmonisation, I. C. for. (2024). Q2(R2) Validation of Analytical Procedures. *FDA Guidance*.
- Oca, L., Campillo, J. M., & Bou-Ali, M. M. (2025). *Review and Analysis of Thermophysical Properties of a Sulfuric Acid–Water Electrolyte*.
- Standard Test Method for Total Acidity of Sulfuric Acid (E223–23E01). (2023). *ASTM International*. doi: 10.1520/E0223-23E01
- Statistical validation of sulfate quantification methods for acid mine drainage. (2025). *Environmental Laboratory Diagnostics*.
- Eronen, E. A., Vladyka, A., Sahle, C. J., & Niskanen, J. (2024). *Structural Descriptors and Information Extraction from X-ray Emission Spectra: Aqueous Sulfuric Acid*.

- Thermodynamic modeling and experimental measurement of titration curves for sulfuric acid. (2023). *Journal of Molecular Liquids*.
- Thermodynamics of Electrolytes. 7. Sulfuric Acid. (2023). *Journal of Chemical & Engineering Data*, 68, 2554–2562.
- Toledo, M. (2021). Titration Guide on Errors. *Application Note*.
- Titration of Unknown Sulfuric Acid. (2023). *CliffsNotes Study Notes*.
- Validation characteristics and statistics in analytical method development. (2022). *ResearchGate*.
- Validation of a fast automated photometric method for the analysis of sulfur dioxide in wines. (2024). *European Food Research and Technology*, 250, 1611–1618.