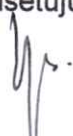


|                                                                        |                        |                                                                                                          |
|------------------------------------------------------------------------|------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| LABORATORIUM<br>BALAI RISET DAN<br>STANDARDISASI INDUSTRI<br>PALEMBANG | <b>INSTRUKSI KERJA</b> | Nomor : IK-LAB-5. 4. 1.1A<br>Revisi/ Edisi : 0/7<br>Tanggal Terbit : 01 April 2019<br>Halaman : 1 dari 3 |
| <b>CARA UJI KADAR FLOURIDA PADA AIR DAN AIR LIMBAH</b>                 |                        |                                                                                                          |

|                                                                                                                                    |                                                                                                                              |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p>Disetujui oleh :</p>  <p>Kepala Seksi SS</p> | <p>Diajukan oleh :</p>  <p>Penyelia</p> |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

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

#### A. Prinsip

Fluorida bereaksi dengan larutan campuran SPADNS – asam zirkonil menyebabkan berkurangnya warna larutan. Pengurangan warna ini sebanding dengan banyaknya unsur fluorida dalam contoh uji yang kemudian diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 570nm.

#### B. Bahan

1. Air suling yang digunakan mempunyai daya hantar listrik kurang dari 2mikromhos/cm
2. Natrium fluoride bebas air (NaF)
3. SPADNS, natrium 2-(para sulfonilazo) 1,8-dihidroksi-3,6-naftalen disulfonat = asam 4,5-dihidroksi-3-(parasulfonilazo)-2,7-naftalen disulfonat.
4. Asam zirkonil atau zirkonil klorida oktahidrat ( $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ )
5. Asam Klorida (HCl) pekat
6. Natrium arsenit ( $NaAsO_2$ )

#### C. Peralatan

1. Spektrofotometer
2. Neraca analitik
3. Pipet volumetric 2mL; 5 mL; 10 mL dan 15 mL;
4. Pipet ukur; dan
5. Labu ukur 100mL; 500 mL; dan 1000 mL.

#### D. Prosedur Kerja

1. Persiapan pengujian
  - a. Larutan induk fluoride 100 mg F<sup>-</sup>/L
    - Larutkan 221 mg natrium fluoride anhidrat (NaF) dengan air suling dalam labu ukur 1000mL, kemudian tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan (1,0 mL = 100mikrogram F<sup>-</sup>)
    - Pipet 100 mL larutan induk fluoride 1000mg F<sup>-</sup>/L yang tertelusur ke *Standard Reference Material*, masukkan ke dalam labu ukur 1000mL,

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

kemudian tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan.

b. Larutan baku fluoride 10 mg F<sup>-</sup>/L

- Pipet 50 mL larutan induk 100mikro mg dan masukkan ke dalam labu ukur 500mL.
- Tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan (1,0 mL larutan = 0,01 mg F<sup>-</sup>)

c. Larutan kerja fluoride

- Pipet 0 mL; 2 mL; 5 mL; 10 mL; dan 15 mL larutan baku fluoride yang mengandung 10 mg F<sup>-</sup>/L dan masukkan masing- masing ke dalam labu ukur 100 mL.
- Tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh kadar fluoride 0,0 mg F<sup>-</sup>/L ; 0,2 mg F<sup>-</sup>/L ; 0,5 mg F<sup>-</sup>/L; 1,0 mg F<sup>-</sup>/L; dan 1,5 mg F<sup>-</sup>/L.

d. Larutan SPADNS

Larutkan 958 mg SPADNS, natrium 2-(para sulfofenilazo) 1,8- dihidroksi-3,6-naftalen disulfonat atau disebut juga 4,5-dihydroxy-3-(parasulfophenylazo)-2,7-naphtalenedisulfonic acid trisodium salt, dalam air suling dan encerkan larutan diatas dengan air suling menjadi 500 mL. larutan ini stabil selama 1 tahun apabila terhindar dari sinar matahari langsung.

e. Larutan asam zirkonil

- Larutkan 133 mg zirkonil klorida oktahidrat , ZrOCl<sub>2</sub>.8H<sub>2</sub>O dalam sekitar 25 mL air suling.
- Tambahkan 350mL HCl pekat dan diencerkan menjadi 500mL dengan air suling.

f. Larutan campuran asam zirkonil – SPADNS

Campurkan larutan asam zirkonil dan larutan SPADNS dengan volume yang sama.

g. Larutan natrium arsenit 0,5 %

Larutkan 0,5 g NaAsO<sub>2</sub> dengan air suling pada labu ukur 100 mL, tepatkan hingga tanda tera kemudian dihomogenkan.

h. Larutan blanko

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

Pipet 10 mL larutan SPADNS ke dalam labu ukur 100 mL, tepatkan hingga tanda tera kemudian dihomogenkan.

**2. Pembuatan kurva kalibrasi**

- optimalkan spektrofotometer untuk pengujian kadar fluoride sesuai dengan pengoperasian alat
- ke dalam masing- masing larutan kerja tambahkan 10 mL larutan campuran SPADNS dan asam zirkonil, aduk hingga homogen.
- Atur spektrofotometer hingga nilai serapan nol dengan larutan blanko
- Ukur serapan masing- masing larutan baku dan catat.
- Buat kurva kalibrasi yang menunjukkan hubungan antara kadar fluoride dengan pembacaan serapannya dan tentukan persamaan garis lurusnya (regresi liniernya).

**3. Prosedur pengujian contoh uji**

- Pipet 50 mL contoh uji atau yang telah diencerkan dengan air suling menjadi 50 mL ke dalam Erlenmeyer 100 mL.
- Tambahkan 10 mL larutan SPADNS - asam zirkonil atau 10 mL SPADNS kocok hingga homogen.
- Siapkan standar flourida dengan konsentrasi 0 – 1,5 mg/L.
- Baca absorben larutan standar dan contoh pada alat spektrofotometer pada panjang gelombang 570 nm.

**E. Perhitungan**

Kadar Flourida ( mg/L ) =  $C \times F_p$

C : Kadar yang didapat dari hasil pengukuran ( mg/L )

F<sub>p</sub> : Faktor Pengenceran

**F. Jaminan Mutu**

1. Gunakan bahan kimia pro analisis
2. Gunakan alat gelas bebas kontaminasi
3. Gunakan alat ukur terkalibrasi
4. Gunakan air suling bebas organik untuk pembuatan blanko dan larutan kerja
5. Dikerjakan oleh analis yang kompeten

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

#### **G. Pengendalian Mutu**

1. Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi
2. Koefisien relasi (  $r$  ) lebih besar atau sama dengan 0,95 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
3. Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis (untuk setiap 10 sample dilakukan 1 duplo),
4. Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran lebih besar sama dengan 5 % maka dilakukan pengukuran ketiga

#### **6. Dokumen Acuan**

SNI 06-6989.29-2005 : Cara Uji Flourida Secara Spektrofotometri dengan SPANDS Air dan Air Limbah

#### **7. Dokumen Terkait**

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian