

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1W Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 1 dari 5
<b>CARA UJI KADAR FOSFAT DALAM 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-5.4.1.1W Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 2 dari 5
<b>CARA UJI KADAR FOSFAT DALAM AIR DAN AIR LIMBAH</b>		

#### A. Prinsip

Dalam suasana asam, amonium molibdat dan kalium antimonil tartrat bereaksi dengan ortoposfat membentuk senyawa asam fosfomolibdat kemudian direduksi oleh asam askorbat kemudian direduksi oleh asam askorbat menjadi kompleks biru molibden.

#### B. Peralatan

1. Spektrofotometer UV-VIS
2. Labu Ukur
3. Pipet Volumetrik
4. Erlenmeyer
5. Gelas ukur
6. Neraca Analitik
7. Pipet tetes

#### C. Bahan

1. Air Suling
2. Kertas Saring
3. Larutan Asam Sulfat 5 N

Masukkan dengan hati-hati 35 mL asam sulfat pekat ke dalam gelas piala yang berisi 100 mL air suling, encerkan sampai 250 mL kemudian dihomogenkan.

4. Larutan Kalium Antimonil Tartrat

Larutkan 0.686 g Kalium Antimonil Tartrat dengan air suling dalam labu ukur 25 mL, tera, dan homogenkan.

5. Larutan amonium molibdat

Larutkan 1 g amonium molibdat dalam labu ukur 25 mL, tera dan homogenkan.

6. Larutan Asam askorbat

Larutkan 1.76 gram asam askorbat dalam 100mL air suling (stabil selama 1 minggu dalam suhu 40 °C

7. Larutan campuran

Campurkan secara berturut-turut 50 mL  $H_2SO_4$  5 N, 5 mL larutan kalium antimonil tartrat, 15

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1W Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 3 dari 5
<b>CARA UJI KADAR FOSFAT DALAM AIR DAN AIR LIMBAH</b>		

mL larutan amonium molibdat dan 30 mL larutan askorbat.

Catatan 1 : Bila terbentuk warna biru, larutan campuran tidak dapat digunakan

Catatan 2 : Jika terjadi kekeruhan pada larutan campuran, kocok dan biarkan beberapa menit sampai hilang kekeruhannya sebelum digunakan

Catatan 3 : Larutan ini stabil selama 4 jam

8. Kalium dihidrogen fosfat anhidrat.

#### D. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Larutan Induk Fosfat 500 mg/L

Larutkan 0.219 gram  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  dalam labu takar 100 mL, tambahkan air suling dan dihomogenkan

2. Pembuatan larutan baku fosfat 10 mg P/L

Pipet 2 mL larutan induk fosfat 500 mg/L ke dalam labu takar 100 mL, tambahkan air suling sampai tanda tera dan dihomogenkan

3. Pembuatan Larutan kerja

pipet 0 mL, 1 mL, 2 mL, 4 mL dan 5 mL larutan induk Fosfat 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL, tambahkan air suling sampai dengan tanda tera dan dihomogenkan.

4. Pembuatan Kurva Kalibrasi

a. Optimalkan alat spektrofotometer UV-VIS sesuai dengan petunjuk penggunaan alat.

b. Pindahkan masing-masing 50 mL larutan kerja ke dalam erlenmeyer.

c. Tambahkan 1 tetes indikator PP, jika terbentuk warna merah muda tambahkan tetes demi tetes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5N sampai warna hilang.

d. Tambahkan 8 mL larutan campuran.

e. Ukur serapannya dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang 880 nm dalam kisaran waktu 10-30 menit

f. Buat kurva kalibrasi atau tentukan persamaan garis regresinya.

5. Cara Uji

a. Pipet 50 mL contoh uji secara duplo dan masukkan masing-masing ke dalam erlenmeyer

b. Tambahkan 1 tetes indikator PP, jika terbentuk warna merah muda tambahkan tetes demi tetes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5 N sampai warna hilang.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1W Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 4 dari 5
<b>CARA UJI KADAR FOSFAT DALAM AIR DAN AIR LIMBAH</b>		

- c. Tambahkan 8 mL larutan campuran.
- d. Ukur serapannya dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang 880 nm pada waktu 10-30 menit.

#### **E. Perhitungan**

$$\text{Kadar Fosfat (mg /L)} = C \times f$$

Keterangan :

C = Kadar fosfat yang diperoleh dari pembacaan

f = Faktor pengenceran

#### **F. Jaminan Mutu**

1. Gunakan bahan kimia pro analysis
2. Gunakan alat bebas kontaminan
3. Gunakan alat ukur terkalibrasi
4. Dikerjakan oleh analis yang kompeten
5. Lakukan dalam jangka waktu yang tidak melebihi waktu penyimpanan maksimum.

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

1. Koefisien korelasi kurva kalibrasi lebih besar atau sama dengan 0,97 dengan nilai intercept lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
2. Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi
3. Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analis
4. Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran lebih besar sama dengan 5 % maka dilakukan pengukuran ketiga

#### **H. Rekomendasi**

1. Lakukan analisis CRM untuk kontrol akurasi
2. Analisis blind sampel
3. Kisaran persen temu balik adalah 85-115 % atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM
4. Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis spike. Kisaran persen temu balik adalah 85-

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1W Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 5 dari 5
<b>CARA UJI KADAR FOSFAT DALAM AIR DAN AIR LIMBAH</b>		

115 %

5. Buat control chart untuk akurasi analisis

**I. Dokumen Acuan**

SNI 06-6989.31 : 2004

**J. Dokumen Terkait**

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian