SNI

SNI 06-6989.12-2004

Standar Nasional Indonesia

Air dan air limbah – Bagian 12: Cara uji kesadahan total kalsium (Ca) dan magnesium (Mg) dengan metode titrimetri

ICS 13.060.50

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Daftar isi.....i
Prakata. ii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi..... 1
3 Cara uji..... 1
3.1 Prinsip..... 1
3.2 Bahan 2
3.3 Peralatan 2
3.4 Persiapan contoh uji 4
3.5 Prosedur 7
3.6 Perhitungan 8
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu..... 9
4.1 Jaminan mutu 9
4.2 Pengendalian mutu..... 9
5 Rekomendasi..... 9
Lampiran A Pelaporan 10
Bibliografi 11

Prakata

Dalam rangka menyeragamkan teknik pengujian kualitas air dan air limbah sebagaimana telah ditetapkan dalam Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air, Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 02 Tahun 1988 tentang Baku Mutu Air dan Nomor 37 Tahun 2003 tentang Metode Analisis Pengujian Kualitas air Permukaan dan Pengambilan Contoh Air Permukaan, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air dan air limbah sebagaimana yang tercantum didalam Keputusan Menteri tersebut.

Metode ini merupakan hasil kaji ulang dari SNI yang telah kadaluarsa dan menggunakan referensi dari metode standar internasional *Standard Methods*. Metode ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis Kualitas Air, Panitia Teknis 207S, Bidang Manajemen Lingkungan dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 31 Januari 2004 di Serpong, Tangerang – Banten.

Metode ini berjudul *Air dan air limbah – Bagian 12: Cara uji kesadahan total kalsium (Ca) dan magnesium (Mg) dengan metode titrimetri* yang merupakan revisi dari SNI 06-4161-1996, dengan judul *Metode pengujian kesadahan total dalam air dengan titrimetrik EDTA.*

Air dan air limbah – Bagian 12: Cara uji kesadahan total kalsium (Ca) dan magnesium (Mg) dengan metode titrimetri

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan kesadahan total yang terdapat dalam air dan air limbah dengan metode titrimetri EDTA dengan batas terendah 5 mg/L.

Metode ini digunakan untuk contoh uji air yang tidak berwarna.

2 Istilah dan definisi

2.1
larutan baku kalsium, Ca
larutan yang mempunyai kadar kalsium, Ca yang diencerkan dengan air suling sampai kadar tertentu

2.2
blind sample
larutan baku dengan kadar tertentu, yang dibuat oleh seorang analis atau penyelia untuk diuji kadarnya oleh analis yang lain

2.3
spike matrix
contoh uji yang diperkaya menggunakan larutan baku dengan kadar tertentu

2.4
***Certified Reference Material* (CRM)**
bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Garam dinatrium etilen diamin tetra asetat (EDTA) akan bereaksi dengan kation logam tertentu membentuk senyawa kompleks kelat yang larut. Pada pH 10,0 $\pm$ 0,1, ion-ion kalsium dan magnesium dalam contoh uji akan bereaksi dengan indikator Eriochrome Black T (EBT), dan membentuk larutan berwarna merah keunguan. Jika Na_2EDTA ditambahkan sebagai titran, maka ion-ion kalsium dan magnesium akan membentuk senyawa kompleks, molekul indikator terlepas kembali, dan pada titik akhir titrasi larutan akan berubah warna dari merah keunguan menjadi biru. Dari cara ini akan didapat kesadahan total (Ca + Mg).

Kalsium dapat ditentukan secara langsung dengan EDTA bila pH contoh uji dibuat cukup tinggi (12-13), sehingga magnesium akan mengendap sebagai magnesium hidroksida dan pada titik akhir titrasi indikator Eriochrome Black T (EBT) hanya akan bereaksi dengan kalsium saja membentuk larutan berwarna biru. Dari cara ini akan didapat kadar kalsium dalam air (Ca).

Dari kedua cara tersebut dapat dihitung kadar magnesium dengan cara mengurangkan hasil kesadahan total dengan kadar kalsium yang diperoleh, yang dihitung sebagai $CaCO_3$.

3.2 Bahan

a) Indikator mureksid

1) Timbang 200 mg mureksid dan 100 g kristal natrium klorida (NaCl), kemudian dicampur.
2) Gerus campuran tersebut hingga mempunyai ukuran 40 mesh sampai dengan 50 mesh.
3) Simpan dalam botol yang tertutup rapat.

b) Indikator Eriochrome Black T (EBT)

1) Timbang 200 mg EBT dan 100 g kristal NaCl, kemudian dicampur.
2) Gerus campuran tersebut hingga mempunyai ukuran 40 mesh sampai dengan 50 mesh.
3) Simpan dalam botol yang tertutup rapat.

c) Larutan natrium hidroksida (NaOH) 1 N

1) Timbang 40 g NaOH, larutkan dengan 50 mL air suling
2) Encerkan dengan air suling hingga volumenya menjadi 1000,0 mL.

d) Larutan penyangga pH 10 $\pm$ 0,1

1) Cara I
   (a) Larutkan 16,9 g amonium klorida (NH_4Cl) dalam 143 mL ammonium hidroksida (NH_4OH) pekat.
   (b) Tambahkan 1,25 g magnesium etilen diamin tetra asetat (Mg-EDTA).
   (c) Encerkan dengan air suling hingga volumenya menjadi 250,0 mL.

2) Cara II
   (a) Larutkan 1,179 g Na2EDTA dihidrat dan 780 mg magnesium sulfat penta hidrat (MgSO4.7H2O) atau 644 mg magnesium klorida heksa hidrat (MgCl2.6H2O) dalam 50 mL air suling.
   (b) Tambahkan larutan tersebut ke dalam 16,9 g NH4Cl dan 143 mL NH4OH pekat, sambil dilakukan pengadukan.
   (c) Encerkan dengan air suling hingga volumenya menjadi 250,0 mL.

CATATAN 1 Simpan larutan penyangga pH 10 $\pm$ 0,1 pada nomer 4.5.3.1. atau 4.5.3.2. tersebut pada wadah plastik atau gelas borosilikat.

CATATAN 2 Botol penyimpan larutan ditutup rapat untuk mencegah kehilangan amonia (NH_3) atau penyerapan karbon dioksida (CO_2) dari udara.

CATATAN 3 Waktu penyimpanan tidak boleh lebih 1 bulan.

CATATAN 4 Buang larutan penyangga jika 1 mL sampai dengan 2 mL larutan tersebut ditambahkan ke dalam larutan contoh uji tidak menghasilkan pH 10,0 $\pm$ 0,1 pada titik akhir titrasi.

e) Bahan pengomplek

Untuk contoh uji air yang mengandung ion-ion pengganggu memerlukan bahan pengkompleks untuk menghasilkan perubahan warna yang jelas dan tajam pada titik akhir titrasi. Hal tersebut dapat dilakukan dengan menggunakan salah satu dari bahan pengomplek pada nomor 3.2.e.1), 3.2.e.2) atau 3.2.e.3), seperti di bawah ini.

1) Inhibitor I
   (a) Atur keasaman contoh uji menjadi pH 6 atau lebih tinggi, dengan menggunakan larutan penyangga atau NaOH 0,1 N.
   (b) Tambahkan 250 mg serbuk natrium sianida (NaCN).
   (c) Tambahkan larutan penyangga secukupnya sampai pH nya 10,0 $\pm$ 0,1.

2) Inhibitor II
   (a) Larutkan 5,0 g natrium sulfida nonahidrat ($Na_2S.9H_2O$) atau 3,7 g $Na_2S.\ 5H_2O$ dalam 100 mL air suling.
   (b) Simpan dalam botol yang tertutup rapat dengan karet. Hindarkan agar tidak kontak dengan udara.

CATATAN Inhibitor ini akan rusak akibat oksidasi oleh udara, menghasilkan endapan sulfida yang mengaburkan titik akhir titrasi bila terdapat logam berat dengan kadar tinggi.

3) Mg EDTA (garam magnesium dari asam 1,2-sikloheksandiamin tetra asetat)

   Tambahkan 250 mg MgCDTA untuk setiap 100 mL contoh uji, dan kocok hingga larut sempurna sebelum penambahan larutan penyangga.

   CATATAN 1 Gunakan bahan pengkompleks ini untuk menghindari penggunaan inhibitor yang berbau atau toksik, apabila terdapat senyawa pengganggu dengan kadar yang dapat mempengaruhi titik akhir titrasi, tetapi tidak akan menambah secara nyata terhadap nilai kesadahan.

   CATATAN 2 Sediaan gabungan larutan penyangga dan bahan pengkompleks tersedia dipasaran.

   CATATAN 3 Campuran semacam itu akan menjaga pH 10,0 $\pm$ 0,1 selama titrasi contoh uji dan menunjukkan titik akhir titrasi yang jelas dan tajam.

f) Larutan standar kalsium karbonat ($CaCO_3$) 0,01 M (1,0 mg/mL)
   1) Timbang 1,0 g $CaCO_3$ anhidrat, masukkan ke dalam labu erlenmeyer 500 mL.
   2) Larutkan dengan sedikit asam klorida (HCl) 1 : 1, tambah dengan 200 mL air suling.
   3) Didihkan beberapa menit, untuk menghilangkan CO_2, lalu dinginkan.
   4) Setelah dingin, tambahkan beberapa tetes indikator metil merah.
   5) Tambahkan NH_4OH 3 N atau HCl 1 : 1 sampai terbentuk warna orange.
   6) Pindahkan secara kuantitaif ke dalam labu ukur 1000 mL, kemudian tepatkan sampai tanda tera.

g) Larutan baku dinatrium etilen diamin tetra asetat dihidrat ($Na_2EDTA\ 2H_2O = C_{10}H_{14}N_2\ Na_2O_8.2H_2O$) 0,01 M

   Larutkan 3,723 g Na_2EDTA dihidrat dengan air suling di dalam labu ukur 1000 mL, tepatkan sampai tanda tera.

h) Larutan Na_2EDTA $\pm$ 0,01 M
   1) Pipet 10,0 mL larutan standar $CaCO_3$ 0,01 M, masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL
   2) Tambah 40 mL air suling dan 1 mL larutan penyangga pH 10 $\pm$ 0,1
   3) Tambahkan seujung spatula 30 mg sampai dengan 50 mh indikator EBT

4) Titrasi dengan larutan Na_2EDTA 0,01 M sampai terjadi perubahan warna dari merah keunguan menjadi biru.
5) Catat volume larutan Na2EDTA yang digunakan.
6) Ulangi titrasi tersebut 3 kali, kemudian volume Na2EDTA yang digunakan dirata-ratakan (perbedaan volume atau RSD).
7) Hitung molaritas larutan baku Na2EDTA dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$M_{EDTA} = \frac{M_{CaCO_3} \cdot V_{CaCO_3}}{V_{EDTA}} \text{ (mmol/mL)}$$

dengan pengertian :

M_{EDTA} adalah molaritas larutan baku Na_2EDTA (mmol/mL);

V_{EDTA} adalah volume rata-rata larutan baku Na_2EDTA (mL);

V_{CaCO_3} adalah volume rata-rata larutan $CaCO_3$ yang digunakan (mL);

M_{CaCO_3} adalah molaritas larutan $CaCO_3$ yang digunakan (mmol/mL).

i) Serbuk natrium sianida (NaCN).
j) Air suling atau air bebas mineral yang mempunyai daya hantar listrik (DHL) 0,5 μS/cm sampai dengan 2 μS/cm.

3.3 Peralatan

a) buret 50 mL atau alat titrasi lain dengan skala yang jelas;
b) labu Erlenmeyer 250 dan 500 mL;
c) labu ukur 250 dan 1000 mL;
d) gelas ukur 100 mL;
e) pipet volume 10 dan 50 mL;
f) pipet ukur 10 mL;
g) gelas piala 50, 250, dan 1000 mL;
h) sendok sungu;
i) alat pengukur pH;
j) pengaduk gelas;
k) pemanas listrik;
l) timbangan analitik;
m) gelas arloji;
n) mortir dan stamfer;
o) botol semprot;
p) botol borosilikat tutup asah;
q) botol borosilikat tutup karet.

3.4 Persiapan contoh uji

a) Gunakan 50,0 mL contoh uji air atau air limbah atau jumLah yang sesuai dan diencerkan dengan air suling hingga volume 50,0 mL, masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL.
b) Apabila tidak dapat segera dianalisis, awetkan contoh uji dengan HNO_3 sampai pH lebih kecil dari 2. Waktu simpan contoh uji disarankan tidak lebih dari 6 bulan.

c) Penghilangan gangguan:

1) Beberapa ion logam mengganggu dengan menyebabkan titik akhir titrasi mengalami pemucatan atau tidak jelas atau bereaksi dengan Na_2EDTA secara stoikiometri.

   Gangguan ini dapat dikurangi/diperkecil dengan menambahkan sejumlah tertentu inhibitor sebelum dilakukan titrasi.

2) Garam magnesium dari asam 1,2-sikloheksandiamin tetra asetat (MgEDTA) secara selektif mengkomplekskan logam-logam berat, membebaskan magnesium ke dalam contoh uji, dan dapat digunakan sebagai pengganti inhibitor yang toksik atau yang dapat menimbulkan gangguan bau.

   MgEDTA hanya bermanfaat bila magnesium yang menggantikan logam-logam berat tidak signifikan (nyata) menyumbang pada kesadahan total.

3) Dengan adanya logam berat atau polifosfat yang konsentrasinya lebih rendah dari yang tercantum pada table I di bawah ini dapat digunakan inhibitor I dan II.

4) Bila terdapat logam-logam berat yang konsentrasinya lebih tinggi dari yang tercantum pada table 1, tentukan kadar kalsium dan magnesium dengan metode non-EDTA (Pengujian dilakukan 2 kali yaitu pengujian Ca dan Mg total dan pengujian Ca saja dengan metode titrimetri EDTA) dan kadar kesadahan ditentukan dengan perhitungan.

   Pernyataan pada Tabel 1 hanya diperuntukan sebagai petunjuk kasar dan didasarkan pada penggunaan 25 mL contoh uji yang diencerkan hingga 50 mL.

5) Bahan organik yang tersuspensi atau berbentuk koloid juga dapat mengganggu titik akhir titrasi.

   Gangguan ini dapat dihilangkan/diperkecil dengan menguapkan contoh uji sampai kering pada *steam bath* (penangas uap) dan pemanas *muffle furnace* pada suhu 550°C hingga bahan-bahan organik teroksidasi sempurna.

   Larutkan residu yang diperoleh dalam 20 mL 1 HCl 1N, netralkan hingga pH 7 dengan NaOH 1N, dan tepatkan dengan air suling hingga 50 mL. Dinginkan pada suhu kamar dan tentukan kadar kesadahannya.

Tabel 1 Konsentrasi maksimum zat pengganggu yang diperbolehkan pada penggunaan jenis inhibitor

No.	Senyawa pengganggu	Konsentrasi senyawa pengganggu maksimum (mg/L)	
		Inhibitor I	Inhibitor II
1.	Alumunium	20	20
2.	Barium	*	*
3.	Kadmium	*	20
4.	Kobalt	>20	0,3
5.	Tembaga	>30	20
6.	Besi	>30	5
7.	Timah hitam	*	20
8.	Mangan (Mn^{2+})	*	1
9.	Nikel	>20	0,3
10.	Strontium	*	*
11.	Seng	*	200
12.	Polifosfat		100

Keterangan:
Untuk volume contoh uji 25 mL dan diencerkan dengan air suling hingga 50 mL.
* dititrasi sebagai kesadahan.

d) Untuk contoh uji yang tercemar atau limbah cair, dilakukan destruksi lebih dahulu menggunakan metode digesti asam nitrat-asam sulfat (HNO_3 – H_2SO_4) atau asam nitrat-asam perklorat (HNO_3 – $HClO_4$), dengan cara seperti di bawah ini:

1) Digesti HNO_3 - H_2SO_4
   (a) Campur contoh uji dan pipet sejumlah volume yang sesuai ke dalam labu erlenmeyer 125 mL atau beaker 150 mL.
   (b) Bila contoh uji belum diasamkan, tambahkan H_2SO_4 65%, metal orange dan 5 mL HNO_3 65% sampai berubah warna menjadi merah jingga.
   (c) Tambahkan beberapa butir batu didih, panaskan pelan-pelan hingga mendidih pada *hot plate* dan uapkan hingga volumenya menjadi 15 mL sampai dengan 20 mL.
   (d) Tambahkan 10 mL HNO_3 65% dan 10 mL H_2SO_4 pekat.
   (e) Uapkan pada *hot plate* hingga tepat tampak uap putih pekat SO_3.
   (f) Jika larutan tidak jernih, tambahkan 10 mL HNO_3 65% dan ulangi penguapan untuk mengasapkan SO_3.
   (g) Panaskan untuk menghilangkan semua HNO_3 sebelum perlakuan selanjutnya. Semua HNO_3 akan hilang apabila larutan tersebut menjadi jernih dan tak ada lagi asap coklat/kecoklatan. Selama digesti, contoh uji jangan sampai kering.
   (h) Dinginkan dan encerkan dengan air suling kira-kira 50 mL.
   (i) Panaskan hingga hampir mendidih untuk melarutkan perlahan-lahan garam-garam yang terlarut.
   (j) Bila perlu disaring, kemudian pindahkan filtrat ke dalam labu ukur 100 mL bilas beaker dengan bantuan 5 mL air suling (sebanyak 2 kali), tambahkan hasil bilasan ini ke dalam labu ukur.
   (k) Dinginkan, encerkan dengan air suling hingga tanda tera dan campurkan sampai homogen.
   (l) Ambil sebagian dari larutan ini untuk keperluan penentuan kesadahan.

2) Digesti HNO3 – HClO4
   (a) Ambil sejumlah volume contoh uji yang sesuai, masukkan ke dalam labu erlenmeyer 125 mL atau 150 mL.
   (b) Bila contoh uji belum diasamkan, lakukan pengasaman dengan menambah HNO_3 65% dan indikator metil *orange*.
   (c) Tambahkan lagi 5 mL HNO_3 65% dan beberapa butir batu didih.
   (d) Panaskan dengan menggunakan *hot plate* hingga volumenya menjadi 15 mL sampai dengan 20 mL.
   (e) Tambahkan lagi 10 mL HNO_3 65% dan 10 mL $HClO_4$ pekat sambil didinginkan.
   (f) Uapkan dengan menggunakan *hot plate* sampai timbul uap putih tebal dari $HClO_4$.
   (g) Jika larutan tidak jernih, tutuplah wadah dengan gelas arloji dan biarkan larutan tepat mendidih hingga menjadi jernih.
   (h) Jika perlu, tambahkan 10 mL HNO_3 65% untuk menyempurnakan digesti.
   (i) Dinginkan, encerkan dengan air suling sampai kira-kira 50 mL dan didihkan untuk menghilangkan Cl_2 dan oksida nitrogen.

(j) Bila perlu disaring, kemudian pindahkan filtrat ke dalam labu ukur 100 mL, bilas beaker dengan bantuan 5 mL air suling (sebanyak 2 kali), tambahkan hasil cucian ini ke dalam labu ukur.

(k) Dinginkan, encerkan dengan air suling hingga tanda tera dan campurkan sampai homogen.

(l) Ambil sebagian dari larutan ini untuk keperluan penentuan kesadahan.

CATATAN Pemanasan campuran $HClO_4$ dan bahan organik dapat meledak kuat. Hindarkan bahaya ini dengan mengikuti prosedur berikut:

1. Jangan menambahkan $HClO_4$ pada larutan panas yang mengandung bahan organik.
2. Lakukan *pretreatment* (perlakuan awal) contoh uji yang mengandung bahan organik.
3. Digesti dilakukan di dalam ruang asam yang telah dikondisikan untuk digesti dengan menggunakan asam $HClO_4$.
4. Hindari contoh uji yang di digesti dengan $HClO_4$ menguap sampai kering.

3.5 Prosedur

3.5.1 Kesadahan total

a) Ambil 25 mL contoh uji secara duplo, masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL, encerkan dengan air suling sampai volume 50 mL.

b) Tambahkan 1mL sampai dengan 2 mL larutan penyangga pH 10 $\pm$ 0,1.

c) Tambahkan seujung spatula 30 mg sampai dengan 50 mg indikator EBT.

d) Lakukan titrasi dengan larutan baku Na_2EDTA 0,01 M secara perlahan sampai terjadi perubahan warna merah keunguan menjadi biru.

e) Catat volume larutan baku Na_2EDTA yang digunakan.

f) Apabila larutan Na_2EDTA yang dibutuhkan untuk titrasi lebih dari 15 mL, encerkan contoh uji dengan air suling dan ulangi langkah 3.5.1.a). s/d 3.5.1.e).

g) Ulangi titrasi tersebut 2 kali, kemudian rata-ratakan volume Na_2EDTA yang digunakan.

h) Jika *spike matrix* digunakan sebagai kontrol mutu, maka lakukan dengan cara sebagai berikut :

   Ambil 15 mL contoh uji ditambah 10 mL larutan standar kalsium karbonat 0,01 M dan encerkan dengan air suling hingga volumenya 50 mL, masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL. Lakukan langkah 3.5.1 b) sampai dengan 3.5.1.e) dari 3.5

CATATAN 1 Proses titrasi dilakukan dalam waktu 5 menit setelah penambahan larutan penyangga pH =10 $\pm$ 0,1.

CATATAN 2 Tidak terjadinya perubahan warna pada titik akhir titrasi yang jelas biasanya harus ditambahkan inhibitor, atau mungkin indikator telah mengalami kerusakan.

CATATAN 3 Untuk contoh uji dengan kadar kesadahan lebih kecil dari 5 mg/L, gunakan volume contoh uji yang lebih besar (100 mL sampai dengan 1000 mL). Gunakan larutan penyangga, indikator dan inhibitor yang proporsional. Lakukan pengujian blanko dengan volume yang sama.

3.5.2 Kalsium

a) Ambil 25 mL contoh uji air secara duplo, masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL dan encerkan dengan air suling sampai volume 50 mL.

b) Tambahkan 2 mL larutan NaOH 1 N (secukupnya) sampai dicapai pH 12 sampai dengan pH 13.

c) Apabila contoh uji keruh, tambahkan 1 mL sampai dengan 2 mL larutan KCN 10%.

d) Tambahkan seujung spatula atau setara dengan 30 mg sampai dengan 50 mg indikator mureksid.

e) Lakukan titrasi dengan larutan baku Na_2EDTA 0,01 M sampai terjadi perubahan warna merah muda menjadi ungu.

f) Catat volume larutan baku Na_2EDTA yang digunakan.

g) Apabila larutan Na_2EDTA yang dibutuhkan untuk titrasi lebih dari 15 mL, encerkan contoh uji dengan air suling dan ulangi langkah 3.5.2.a). sampai dengan 3.5.2.f) dari 3.5.

h) Ulangi titrasi tersebut 3 kali, kemudian rata-ratakan volume Na_2EDTA yang digunakan.

i) Buat *spike matrix* dengan cara sebagai berikut :

   1) Ambil 15 mL contoh uji ditambah 10 mL larutan baku kalsium karbonat 1,0 mg/mL, dan encerkan dengan air suling hingga 50 mL, masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL. Lakukan langkah 3.5.2.b) sampai dengan 3.5.2.f) dari 3.5

   2) Ambil 15 mL contoh uji ditambah air suling hingga 50 mL, masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL Lakukan langkah 3.5.2.b) sampai dengan 3.5.2.e) dari 3.5.

3.6 Perhitungan

3.6.1 Hitung kadar kalsium

Kesadahan total dan magnesium dalam contoh uji dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

1. Kesadahan total (mg $CaCO_3$/L) $= \frac{1000}{V_{C.u.}} \text{ x } V_{EDTA(a)} \text{ x } M_{EDTA} \text{ x } 100$

2. Kadar kalsium (mg Ca/L) $= \frac{1000}{V_{C.u.}} \text{ x } V_{EDTA(b)} \text{ x } M_{EDTA} \text{ x } 40$

3. Kadar magnesium (mg Mg/L) $= \frac{1000}{V_{C.u.}} \text{ x } \left[V_{EDTA(a)} - V_{EDTA(b)}\right] \text{ x } M_{EDTA} \text{ x } 24{,}3$

dengan pengertian :

$V_{C.u.}$ adalah volume larutan contoh uji (mL);

$V_{EDTA\,(a)}$ adalah volume rata-rata larutan baku Na_2EDTA untuk titrasi kesadahan total (mL);

M_{EDTA} adalah molaritas larutan baku Na_2EDTA untuk titrasi (mmol/mL);

$V_{EDTA\,(b)}$ adalah volume rata-rata larutan baku Na_2EDTA untuk titrasi kalsium (mL).

3.6.2 Persen temu balik (% *Recovery*, % R)

Persen temu balik dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\%\,R = \frac{A - B}{C} \text{ x } 100\,\%$$

dengan pengertian:

R adalah *recovery*

A adalah kadar contoh uji yang di *spike* (mg/L);

B adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike* (mg/L);

C adalah kadar standar yang diperoleh (*target value*), (mg/L).

dimana,

$$C = \frac{Y \text{ x } Z}{V}$$

dengan pengertian:

Y adalah volume standar yang ditambahkan (mL);

Z adalah kadar Ca yang ditambahkan (mg/L);

V adalah volume akhir (mL).

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia berderajat pro analisis (p.a).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi atau terverifikasi.
d) Gunakan air suling untuk pembuatan semua pereaksi dan larutan kerja.
e) Dikerjakan oleh analis/penguji yang kompeten.
f) Lakukan uji dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum (*holding time*).

4.2 Pengendalian mutu

Lakukan uji secara duplo untuk kontrol ketelitian. Perbedaan pemakaian larutan Na_2EDTA secara duplo tidak boleh lebih besar dari 0,10 mL.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi

a) Analisis CRM

   Lakukan analisis *Certified Reference Material* (CRM) untuk kontrol akurasi.

b) Lakukan uji *blind sample*.

c) Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai lemak 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.

d) Untuk kontrol gangguan matriks lakukan uji *spike matrix*. Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.

e) Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi pengujian.

Lampiran A

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama analis dan tanda tangan.
3) Tanggal analisis.
4) Rekaman volume titrasi
5) Nomor contoh uji.
6) Tanggal penerimaan contoh uji.
7) Batas deteksi.
8) Perhitungan.
9) Hasil pengukuran duplo.
10) Hasil pengukuran blanko.
11) Hasil pengukuran persen *spike matrix* dan *CRM* atau *blind sample*.
12) Kadar kesadahan total dalam contoh uji.

Bibliografi

Clesceri, L.S., Greenberg, A.E., and Eaton, A.D., 1998, Standard methods for the examination of water and wastewater, 20th edition, no. 2340 – C.

Basset at all, 1978, Vogel's, Textbook of Quantitative Inorganic Analysis, Fourth Edition, El Bsandlogman, London.