SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-6989.15-2004

Air dan air limbah – Bagian 15: Cara uji kebutuhan oksigen kimiawi (KOK) refluks terbuka dengan refluks terbuka secara 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 1
3.3 Peralatan 2
3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji..... 2
3.5 Persiapan pengujian 2
3.6 Perhitungan 3
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu..... 4
4.1 Jaminan mutu 4
4.2 Pengendalian mutu..... 4
5 Rekomendasi..... 4
Lampiran A Pelaporan 5
Bibliografi 6

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 dari metode standar internasional Standard Methods. Metode ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta di konsensuskan oleh Sub Pantek 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 15: Cara uji kebutuhan oksigen kimiawi (KOK) refluks terbuka dengan refluks terbuka secara titrimetri* yang merupakan revisi dari SNI 19-1423-1989 dengan judul *Cara uji kebutuhan oksigen kimiawi air limbah.*

Air dan air limbah – Bagian 15: Cara uji kebutuhan oksigen kimiawi (KOK) refluks terbuka dengan refluks terbuka secara titrimetri

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan kadar kebutuhan oksigen kimiawi (KOK) dalam air dan air limbah secara refluk terbuka dengan kisaran kadar KOK antara 50 mg/L O_2 sampai dengan 900 mg/L O_2.

Metode ini tidak berlaku bagi contoh uji air yang mengandung ion klorida lebih besar dari 2000 mg/L

2 Istilah dan definisi

2.1
larutan baku kalsium hidrogen phthalat, $HOOCC_6H_4COOK$ (KHP)
larutan yang dibuat dari kristal KHP, dan mempunyai kadar KOK 500 mg/L O_2

2.2
blind sample
larutan baku dengan kadar tertentu

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

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

2.5
***Standard Reference Material* (SRM)**
bahan standar yang mampu telusur ke sistim nasional atau internasional

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Zat organik dioksidasi dengan campuran mendidih asam sulfat dan kalium dikromat yang diketahui normalitasnya dalam suatu refluk selama 2 jam. Kelebihan kalium dikromat yang tidak tereduksi, dititrasi dengan larutan ferro ammonium sulfat (FAS).

3.2 Bahan

a) larutan baku kalium dikromat 0,25 N.
Larutkan 12,259 g $K_2Cr_2O_7$ (yang telah dikeringkan pada 150^0C selama 2 jam) dengan air suling dan tepatkan sampai 1000 mL.

b) larutan asam sulfat – perak sulfat.
Tambahkan 5,5 g Ag_2SO_4 kedalam 1 kg asam sulfat pekat atau 10,12 g Ag_2SO_4 dalam 1000 mL asam sulfat pekat , aduk dan biarkan 1 hari sampai 2 hari untuk melarutkan.

c) larutan indikator ferroin.
Larutkan 1,485 g 1,10 phenanthrolin monohidrat dan 0,695 g $FeSO_4.7H_2O$ dalam air suling dan encerkan sampai 100 mL.

d) larutan ferro ammonium sulfat (FAS) 0,1 N.
Larutkan 39,2 g $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$ dalam air suling, tambahkan 20 mL H_2SO_4 pekat, dinginkan dan tepatkan sampai 1000 mL.
Bakukan larutan ini dengan larutan baku kalium dikromat 0,25 N.

e) larutan baku potasium hidrogen phthalat (KHP).
Larutkan 425 mg KHP (yang telah dihaluskan dan dikeringkan pada 110^0C), dalam air suling dan tepatkan sampai 1000 mL. Larutan ini mempunyai kadar KOK 500 mg/L O_2. Bila disimpan dalam refrigerator dapat digunakan sampai 1 minggu selama tidak ada pertumbuhan mikroba.

f) asam sulfamat.
Hanya digunakan jika ada gangguan nitrit, 10 mg asam sulfamat untuk 1 mg nitrit

g) serbuk merkuri sulfat, $HgSO_4$.

h) batu didih

3.3 Peralatan

a) peralatan refluks, yang terdiri dari labu erlenmeyer, pendingin *Liebig* 30 cm;
b) *hot plate* atau yang setara;
c) labu ukur 100 mL dan 1000 mL;
d) buret 25 mL atau 50 mL;
e) pipet volum 5 mL; 10 mL; 15 mL dan 50 mL;
f) erlenmeyer 250 mL (labu refluk); dan
g) timbangan analitik.

3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

a) Aduk contoh uji hingga homogen dan segera lakukan analisis.

b) Contoh uji diawetkan dengan menambahkan H_2SO_4 sampai pH lebih kecil dari 2,0 dan contoh uji disimpan pada pendingin 4^oC dengan waktu simpan 7 hari.

3.5 Prosedur

a) Pipet 10 mL contoh uji, masukkan kedalam erlenmeyer 250 mL.
b) Tambahkan 0,2 g serbuk $HgSO_4$ dan beberapa batu didih.
c) Tambahkan 5 mL larutan kalium dikromat, $K_2Cr_2O_7$ 0,25 N.
d) Tambahkan 15 mL pereaksi asam sulfat – perak sulfat perlahan-lahan sambil didinginkan dalam air pendingin.
e) Hubungkan dengan pendingin *Liebig* dan didihkan diatas *hot plate* selama 2 jam.
f) Dinginkan dan cuci bagian dalam dari pendingin dengan air suling hingga volume contoh uji menjadi lebih kurang 70 mL.

g) Dinginkan sampai temperatur kamar, tambahkan indikator ferroin 2 sampai dengan 3 tetes, titrasi dengan larutan FAS 0,1 N sampai warna merah kecoklatan, catat kebutuhan larutan FAS.

h) Lakukan langkah 3.5 a) sampai dengan 3.5 g) terhadap air suling sebagai blanko. Catat kebutuhan larutan FAS. Analisis blanko ini sekaligus melakukan pembakuan larutan FAS dan dilakukan setiap penentuan KOK.

3.6 Perhitungan

3.6.1 Normalitas larutan FAS

Normalitas FAS = $\frac{(V1)(N1)}{V2}$

dengan pengertian :

V_1 adalah volume larutan $K_2Cr_2O_7$ yang digunakan, mL;

V_2 adalah volume larutan FAS yang dibutuhkan, mL;

N_1 adalah Normalitas larutan $K_2Cr_2O_7$.

3.6.2 Kadar KOK

KOK (mg/L O_2) = $\frac{(A-B)(N)(8000)}{mL.contoh-uji}$

dengan pengertian :

A adalah volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk blanko, mL;

B adalah volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk contoh, mL;

N adalah normalitas larutan FAS.

3.6.3 Persen temu balik (% Recovery)

Pembuatan *spike matrix*:

a) pipet 25 mL contoh uji dan tambahkan 25 mL larutan baku KHP.

b) lakukan langkah 3.5 a) sampai dengan 3.5 g).

% Recovery = $\frac{(D-E)(100\%)}{F}$

dengan pengertian:

D adalah kadar contoh uji yang di *spike*, mg/L;

E adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike*, mg/L;

F adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*), mg/L.

dimana,

F = (y)(z) / v

y adalah volume larutan baku yang ditambahkan, mL;

z adalah kadar larutan baku, mg/L;

v adalah volume akhir contoh uji yang *spike*, mL.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia berkualitas pro analisis (p.a).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
d) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui batas waktu simpan maksimum 7 hari .

4.2 Pengendalian mutu

Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian. Dengan RPD (*Relative Percent Different*) kurang dari 5%.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi dapat dilakukan dengan salah satu dari berikut ini:

a) Analisis *CRM* atau *SRM*
lakukan analisis *CRM (Certified Reference Material)* atau *SRM (Standard Reference Material)* untuk kontrol akurasi.

b) Analisis *blind sample.*

c) Analisis contoh *spike* dengan kisaran temu balik (% *recovery*) 85% sampai dengan 115%. Buat kartu kendali (*control chart*).

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 kurva kalibrasi.
5) Nomor contoh uji.
6) Tanggal penerimaan contoh uji.
7) Perhitungan.
8) Hasil pengukuran duplo.
9) Hasil pengukuran blanko.
10) Hasil pengukuran persen *spike matrix* dan *CRM* atau *blind sample*.
11) Kadar KOK dalam contoh uji.

Bibliografi

Lenore S.. Clesceri et al. 1998, *Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water 5220B*, 20th Edition, Washington DC : APHA, AWWA, WEF