SNI

SNI 06-6989.22-2004

Standar Nasional Indonesia

Air dan air limbah - Bagian 22: Cara uji nilai permanganat 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 2
3.3 Peralatan 2
3.4 Persiapan pengujian..... 3
3.5 Prosedur 3
3.6 Perhitungan 4
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu..... 5
4.1 Jaminan mutu 5
4.2 Pengendalian mutu..... 5
5 Rekomendasi..... 5
Lampiran A Pelaporan 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 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 22: Cara uji nilai permanganat secara titrimetri* yang merupakan revisi dari SNI 06-2506-1991 dengan judul *Metode pengujian nilai permanganat dalam air secara asam.*

Air dan air limbah - Bagian 22: Cara uji nilai permanganat secara titrimetri

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan nilai permanganat dengan metode oksidasi suasana asam dalam contoh air dan air limbah yang mempunyai kadar klorida (Cl^-) kurang dari 300 mg/L.

2 Istilah dan definisi

2.1
nilai permanganat
jumlah miligram kalium permanganat yang dibutuhkan untuk mengoksidasi organik dalam 1000 mL air pada kondisi mendidih

2.2
larutan induk kalium permanganat, $KMnO_4$
larutan yang mempunyai normalitas kalium permanganate, $KMnO_4$ 0,1 N yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.3
larutan baku kalium permanganat, $KMnO_4$
lartan induk kalium permanganat, $KMnO_4$ 0,1 N yang diencerkan dengan air suling sampai normalitas 0,01 N

2.4
larutan *blanko*
air suling yang perlakuannya sama dengan contoh uji

2.5
blind sample
larutan baku dengan kadar tertentu, yang dibuat oleh seorang analis atau penyelia untuk diuji kadarnya oleh analis yang lain

2.6
spike matrix
contoh uji yang diperkaya menggunakan larutan baku dengan kadar tertentu

2.7
***Certified Reference Material* (CRM)**
bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Zat organik di dalam air dioksidasi dengan $KMnO_4$ direduksi oleh asam oksalat berlebih. Kelebihan asam oksalat dititrasi kembali dengan $KMnO_4$.

a) Reaksi oksidasi $KMnO_4$ dalam kondisi asam sebagai berikut :

$$2\ KMnO_4 + 3\ H_2SO_4 \longrightarrow 2\ MnSO_4 + K_2SO_4 + 5\ O_n$$

b) Oksidasi KMnO4 dalam kondisi basa sebagai berikut :

$$2\ KMnO_4 + H_2O \longrightarrow 2\ MnO_2 + KOH + 3\ O_n + 3\ H_2O$$

c) Zat organik dapat dioksidasi dengan reaksi sebagai berikut :

$$C_2H_2O + O_n \longrightarrow 2\ CO_2 + H_2O$$

3.2 Bahan

3.2.1 Asam sulfat, H_2SO_4 8 N yang bebas zat organik

a) Pindahkan 222 mL H_2SO_4 pekat sedikit demi sedikit ke dalam 500 mL air suling dalam gelas piala sambil didinginkan dan encerkan sampai 1000 mL dalam labu ukur 1000 mL.
b) Pindahkan kembali ke dalam gelas piala dan tetesi dengan larutan $KMnO_4$ sampai berwarna merah muda.
c) Panaskan pada temperatur 80^0C selama 10 menit, bila warna merah hilang selama pemanasan tambah kembali larutan $KMnO_4$ 0,01 N sampai warna merah muda stabil.

3.2.2 Kalium permanganat, KMnO4 0,1 N

Larutkan 3,16 g $KMnO_4$ dengan air suling dalam labu ukur 1000 mL. Simpan dalam botol gelap selama 24 jam sebelum digunakan.

3.2.3 Kalium permanganat, $KMnO_4$ 0,01 N

Pipet 10 mL $KMnO_4$ 0,1 N masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, tepatkan dengan air suling sampai tanda tera.

3.2.4 Asam oksalat, $(COOH)_2.2H_2O$ 0,1 N

Larutkan 6,302 g $(COOH)_2.2H_2O$ dalam 1000 mL air suling atau larutkan 6,7 g natrium oksalat, $(COONa)_2.2H_2O$ dalam 25 mL H_2SO_4 6 N, dinginkan dan encerkan sampai 1000 mL dalam labu takar.

3.2.5 Asam oksalat 0,01 N

Pipet 10 mL larutan asam oksalat 0,1 N masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, tepatkan dengan air suling sampai tanda tera.

3.2.6 Natrium oksalat (COONa)22H_2O

3.3 Peralatan

a) erlenmeyer 300 mL;
b) labu ukur 1000 mL dan 100 mL;
c) stop watch;
d) pemanas listrik;
e) gelas ukur 5 mL;
f) pipet ukur 10 mL dan 100 mL;
g) gelas piala 1000 mL;
h) buret 25 mL; dan
i) termometer.

3.4 Persiapan pengujian

Penetapan larutan kalium permanganat, $KMnO_4$ 0,01 N dengan tahapan sebagai berikut:

a) Pipet 100 mL air suling secara duplo dan masukkan ke dalam labu erlenmeyer 300 mL, panaskan hingga 70^0C.
b) Tambahkan 5 mL H_2SO_4 8 N yang bebas zat organik.
c) Tambahkan 10 mL larutan baku asam oksalat 0,01 N menggunakan pipet volume.
d) Titrasi dengan larutan kalium permanganat 0.01 N sampai warna merah muda dan catat volume pemakaian.
e) Hitung normalitas larutan baku kalium permanganat dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$N_2 = \frac{V_1 \times N_1}{V_2}$$

dengan pengertian:

V_1 adalah mL larutan baku asam oksalat;
N_1 adalah normalitas larutan baku asam oksalat yang dipergunakan untuk titrasi;
V_2 adalah mL larutan baku kalium permanganat; dan
N_2 adalah normalitas larutan baku kalium permanganat yang tidak dicari.

3.5 Prosedur

Uji nilai permanganat dengan tahapan sebagai berikut:

a) Pipet 100 mL contoh uji masukkan ke dalam erlenmeyer 300 mL dan tambahkan 3 butir batu didih.
b) Tambahkan KMnO4 0,01 N beberapa tetes ke dalam contoh uji hingga terjadi warna merah muda.
c) Tambahkan 5 ml asam sulfat 8 N bebas zat organik.
d) Panaskan di atas pemanas listrik pada suhu $105^oC \pm 2^OC$, bila terdapat bau H_2S, pendidihan diteruskan beberapa menit.
e) Pipet 10 mL larutan baku $KMnO_4$ 0,01 N.
f) Panaskan hingga mendidih selama 10 menit.
g) Pipet 10 mL larutan baku asam oksalat 0,01 N.
h) Titrasi dengan kalium permanganat 0,01 N hingga warna merah muda.
i) Catat volume pemakaian $KMnO_4$.
j) Apabila pemakaian larutan baku kalium permanganat 0,01 N lebih dari 7 mL, ulangi pengujian dengan cara mengencerkan contoh uji.

3.6 Perhitungan

3.6.1 Nilai permanganat

$$KMnO_4 \text{ mg/l} = \frac{[(10 - a)b - (10 \times c)]\ 1 \times 31{,}6 \times 1000}{d} \times f$$

dengan pengertian:

a adalah volume $KMnO_4$ 0,01 N yang dibutuhkan pada titrasi;

b adalah normalitas $KMnO_4$ yang sebenarnya;

c adalah normalitas asam oksalat;

d adalah volume contoh; dan

f adalah faktor pengenceran contoh uji.

CATATAN Apabila terdapat nitrit maka nilai $KMnO_4$ dikurangi 1,4 mg/L untuk kadar nitrit 1 mg/L.

3.6.2 Perhitungan *Relatif Percent Different* (RPD)

$$RPD = \frac{(X_1 - X_2)}{(X_1 - X_2)/2} \times 100\ \%$$

dengan pengertian:

X_1 adalah hasil analisis pada penentuan pertama;

X_2 adalah hasil analisis pada penentuan kedua.

3.6.3 Perhitungan temu balik (*recovery test*)

$$\%\ R = \frac{A - B}{C} \times 100\%$$

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); dan

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

dimana,

$$C = \frac{Y \times Z}{V}$$

dengan pengertian:

Y adalah volume standar yang ditambahkan (mL);

Z adalah kadar standar $KMnO_4$ yang ditambahkan (mg/L); dan

V adalah volume akhir (mL).

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia berkualitas murni (p.a).
b) Gunakan alat gelas yang tidak terkontaminasi.
c) Gunakan air suling yang DHL nya lebih kecil dari 3 μmos.
d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
e) Lakukan analisis segera setelah pengambilan contoh uji.
f) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.

4.2 Pengendalian mutu

a) Lakukan analisis blangko untuk kontrol kontaminasi. Kadar khlorida dalam larutan blangko harus lebih kecil daripada batas deteksi.
b) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis. Perbedaan pemakaian larutan kalium permanganate secara duplo tidak boleh lebih kecil dari 10%.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi

a) Analisis *blind sample.*
b) Lakukan analisis *certified reference material (CRM)* untuk kontrol akurasi.
c) Kisaran persen balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
d) Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis *spike matrix* kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.
e) Buat kartu kendali *(control chart)* untuk akurasi analisis.

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) Batas deteksi.
8) Perhitungan.
9) Hasil pengukuran duplo.
10) Hasil pengukuran blanko.
11) Hasil pengukuran persen *recovery.*
12) Kadar angka permanganat dalam contoh uji.