SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-6989.9-2004

Air dan air limbah – Bagian 9: Cara uji nitrit (NO_2^-N) secara spektrofotometri

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 2
3.1 Prinsip 2
3.2 Bahan 2
3.3 Peralatan 3
3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji..... 3
3.5 Persiapan pengujian 3
3.6 Prosedur 5
3.7 Perhitungan 5
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu..... 6
4.1 Jaminan mutu 6
4.2 Pengendalian mutu..... 6
5 Rekomendasi..... 6
Lampiran A Pelaporan 7
Bibliografi 8

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.

SNI ini merupakan hasil revisi dari SNI yang telah kadaluarsa dan menggunakan dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*. Metode ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Hidup Sub Pantek Kualitas Air dari Panitia Teknis 207S, *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 9: Cara uji nitrit (NO_2-N) secara spektrofotometri* yang merupakan revisi dari SNI 06-2484-1991 dengan judul *Metode pengujian kadar nitrit dalam air dengan alat spektrofotometer secara asam sulfanilat.*

Air dan air limbah – Bagian 9: Cara uji nitrit (NO_2^-N) secara spektrofotometri

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan nitrit, NO_2^-N dalam air dan air limbah secara spektrofotometri pada kisaran kadar 0,01 mg/L sampai dengan 1,00 mg/L NO_2^-N. Jika menggunakan kuvet 1 (satu) cm dalam penetuan kadar nitrit, NO_2^-N dapat diperoleh kadar sampai dengan 0,18 mg/L NO_2^-N. Untuk meningkatkan ketelitian pembacaan dapat digunakan kuvet yang lebih panjang lintasannya (5 cm atau 10 cm)

Metode ini digunakan untuk contoh uji air yang tidak berwarna.

2 Istilah dan definisi

2.1
larutan induk
larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.2
larutan induk nitrit, NO_2^-N
larutan yang dibuat dengan cara melarutkan 1,232 g $NaNO_2$ dalam air suling bebas nitrit dan diencerkan sampai 1000 mL. Larutan ini mempunyai kadar 250 mg/L NO_2-N

2.3
larutan intermedia
larutan induk yang diencerkan dengan air suling bebas nitrit, dan mempunyai kadar nitrit, 50 mg/L NO_2^-N

2.4
larutan baku
larutan intermedia yang diencerkan dengan air suling bebas nitrit, dan mempunyai kadar nitrit, 0,50 mg/L NO_2^-N

2.5
larutan kerja
larutan baku yang diencerkan dengan air air suling bebas nitrit, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi, dan mempunyai kisaran kadar nitrit, 0,0 mg/L;0,01 mg/L; 0,02 mg/L; 0,05 mg/L; 0,10 mg/L; dan 0,20 mg/L NO_2^-N

2.6
larutan blanko atau air suling bebas nitrit
air suling yang tidak mengandung nitrit atau mengandung nitrit dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi

2.7
kertas saring bebas nitrit
kertas saring yang bahan bakunya tidak mengandung nitrit, misalnya kertas saring yang terbuat dari selulosa asetat.

2.8
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

2.9
blind sample
larutan baku dengan kadar tertentu

2.10
spike matriks
contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

2.11
***Certified Reference Material* (CRM)**
bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Nitrit dalam suasana asam pada pH 2,0 – 2,5 akan bereaksi dengan sulfanilamid (SA) dan N- (1-naphthyl) ethylene diamine dihydrochloride (NED dihydrochloride) membentuk senyawa azo yang berwarna merah keunguan. Warna yang terbentuk diukur absorbansinya secara spektrofotometri pada panjang gelombang maksimum 543 nm.

3.2 Bahan

a) Air suling bebas nitrit.

Buat air suling bebas nitrit dengan salah satu cara di bawah ini:

1) Dengan cara ozonisasi terhadap air demineralisasi.
2) Ke dalam 1000 mL air suling tambahkan sedikit kristal $KMnO_4$ ($\pm$ 5 mg) dan $Ba(OH)_2$ atau $Ca(OH)_2$ ($\pm$ 5 g). Destilasi dengan menggunakan gelas borosilikat. Buang 50 mL destilat pertama lalu tampung destilat. Destilat harus bebas permanganat (tes dengan menambahkan larutan DPD (N,N-Dietil-p-Phenilendiamin), warna merah menunjukkan adanya permanganat.
3) Ke dalam 1000 mL air suling tambahkan 1 mL H_2SO_4 p dan 0,2 mL larutan $MnSO_4$ (36,4 g $MnSO_4.H_2O$ / 100 mL air suling). Tambahkan 1-3 mL larutan $KMnO_4$ (400 mg $KMnO_4$ / 1000 mL air suling) Destilasi seperti no. 3.2 a) 2) di atas.

b) *Glass wool.*

c) Kertas saring bebas nitrit berukuran pori 0,45 μm.

d) Larutan sulfanilamida, $H_2NC_6H_4SO_2NH_2$.
Larutkan 5 gram sulfanilamida dalam campuran 300 mL air suling dan 50 mL HCl pekat. Encerkan dengan air suling sampai 500 mL.

e) Larutan NED Dihidroklorida.
Larutkan 500 mg N-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride (NED Dihidroklorida) dalam 500 mL air suling. Simpan dalam botol gelap dalam *refrigerator*. Ganti setiap bulan atau bila berwarna coklat.

f) Larutan natrium oksalat, $Na_2C_2O_4$ 0,05 N.
Larutkan 3,350 g $Na_2C_2O_4$ dalam air suling bebas nitrit dan tepatkan sampai 1000 mL.

g) Larutan ferro ammonium sulfat (FAS) 0,05 N.
Larutkan 19,607 g $Fe(NH_4)_2$ $(SO_4)_2$. $6H_2O$ dalam air suling bebas nitrit, tambahkan 20 mL H_2SO_4 pekat dan tepatkan sampai 1000 mL.

h) Larutan induk nitrit, 250 mg/L NO_2-N.
Larutkan 1,232 gram $NaNO_2$ dalam air suling bebas nitrit dan tepatkan sampai 1000 mL. Awetkan dengan 1 mL $CHCl_3$.

i) Larutan kalium permanganat, $KMnO_4$ 0,05 N.
Larutkan 1,6 g $KMnO_4$ dalam 1000 mL air suling. Biarkan sedikitnya 1 minggu, saring dengan *glass wool* dan simpan dalam botol berwarna coklat.

3.3 Peralatan

a) spektrofotometer sinar tampak dengan kuvet silica;
b) labu ukur 50 mL; 250 mL; 500 mL dan 1000 mL;
c) pipet volumetrik 1 mL; 2 mL; 5 mL; 10 mL dan 50 mL;
d) pipet ukur 5 mL;
e) gelas piala 200 mL dan 400 mL;
f) erlenmeyer 250 mL; dan
g) neraca analitik.

3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

3.4.1 Persiapan contoh uji

a) Saring air suling dengan kertas saring bebas nitrit yang berukuran pori 0,45 µm, tampung hasil saringan. Larutan ini digunakan sebagai blanko penyaringan.
b) Saring contoh uji dengan kertas saring bebas nitrit yang berukuran pori 0,45 µm.
c) Masukkan contoh uji ke dalam botol gelas berwarna gelap bebas dari kontaminasi nitrit.

3.4.2 Pengawetan contoh uji

Contoh uji disimpan pada pendingin 4°C dengan waktu simpan tidak lebih dari 48 jam.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Pembakuan larutan induk nitrit, 250 mg/L NO_2-N

Bakukan larutan induk nitrit sebagai berikut:

a) Pipet 50 mL larutan $KMnO_4$ 0,05 N, masukkan kedalam erlenmeyer 250 mL.
b) Tambahkan 5 mL H_2SO_4 pekat.

c) Pipet 50 mL larutan induk nitrit, masukkan kedalam larutan $KMnO_4$ dengan cara ujung pipet berada dibawah permukaan larutan $KMnO_4$

d) Homogenkan/goyangkan dan panaskan pada temperatur 70^0C sampai dengan 80^0C di atas pemanas.

e) Hilangkan warna permanganat dengan penambahan larutan natrium oksalat 0,05 N dengan penambahan secara bertahap sebanyak 10 mL.

f) Titar kelebihan $Na_2C_2O_4$ dengan larutan $KMnO_4$ 0,05 N sampai sedikit warna merah muda sebagai titik akhir.

CATATAN Jika digunakan larutan FAS sebagai pengganti $Na_2C_2O_4$, tidak perlu dilakukan pemanasan tetapi memerlukan waktu reaksi selama 5 menit sebelum titrasi akhir dengan $KMnO_4$.

g) Hitung kandungan NO_2-N dari larutan induk dengan rumus berikut:

$$C = \frac{[(V1xN1) - (V2xN2)]x7}{V3}$$

dengan pengeretian:

C adalah kadar NO_2-N dalam larutan induk, mg /mL NO_2-N;

V_1 adalah jumlah mL total larutan $KMnO_4$ yang digunakan;

N_1 adalah normalitas larutan $KMnO_4$;

V_2 adalah jumlah mL total larutan $Na_2C_2O_4$ atau jumlah mL total larutan FAS;

N_2 adalah normalitas larutan $Na_2C_2O_4$ (atau jumlah mL total larutan FAS);

V_3 adalah jumLah mL larutan induk NO_2-N yang diambil (dititar).

3.5.2 Pembakuan larutan kalium permanganat, $KMnO_4$ 0,05 N

Bakukan larutan ini pada saat akan digunakan dengan cara sebagai berikut:

a) Timbang 100 mg sampai dengan 200 mg $Na_2C_2O_4$ anhidrat, masukkan ke dalam gelas piala 400 mL.

b) Tambahkan 100 mL air suling, aduk sampai larut.

c) Tambahkan 10 mL H_2SO_4 1:1.

d) Panaskan sampai temperatur 90^0C sampai dengan 95^0C.

e) Titrasi dengan segera dengan larutan $KMnO_4$ sampai warna merah muda (selama titrasi temperatur dijaga tidak kurang dari 85^0C).

f) Lakukan langkah pada butir c) sampai dengan e) terhadap air suling sebagai blanko.

g) Hitung normalitas $KMnO_4$ dengan rumus:

$$\text{Normalitas } KMnO_4 = \frac{W}{(A-B)(0{,}33505)}$$

dengan pengertian

W adalah berat $Na_2C_2O_4$, g;

A adalah volume larutan $KMnO_4$ untuk titrasi $Na_2C_2O_4$, mL;

B adalah volume larutan $KMnO_4$ untuk titrasi blanko, mL.

3.5.3 Pembuatan larutan intermedia nitrit, 50 mg/L NO_2-N

a) Hitung volume larutan induk nitrit, NO_2-N yang diperlukan untuk membuat 250 mL larutan intermedia nitrit, 50 mg/L NO_2-N.
b) Persiapkan larutan intermedia setiap akan digunakan.
c) Untuk menghitung larutan intermedia adalah sebagai berikut:

$$(D) \times (C) = (250) \times (50)$$

dengan pengertian:

C adalah kadar NO_2-N dalam larutan induk;

D adalah volume larutan induk nitrit yang diperlukan untuk membuat 250 mL, 50 mg/L NO_2-N.

3.5.4 Pembuatan larutan baku nitrit, 0,50 mg/L NO_2-N

a) Encerkan 10 mL larutan intermedia dengan air suling sampai volume 1000 mL.
b) Persiapkan setiap hari atau setiap akan digunakan.

3.5.5 Pembuatan larutan kerja nitrit, NO_2-N

a) Pipet 0,0 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 15,0 mL dan 20,0 mL larutan baku nitrit (0,5 mg/L) masing-masing ke dalam labu ukur 50 mL.
b) Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh kadar nitrit, NO_2 -N 0,00 mg/L; 0,01 mg/L; 0,02 mg/L; 0,05 mg/L; 0,10 mg/L; 0,15 mg/L dan 0,20 mg/L.

3.5.6 Pembuatan kurva kalibrasi

a) Optimalkan spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat.
b) Ke dalam masing-masing 50 mL larutan kerja tambahkan 1 mL larutan sulfanilamida, kocok dan biarkan 2 menit sampai dengan 8 menit.
c) Tambahkan 1 mL larutan NED dihidrochlorida, kocok dan biarkan selama 10 menit dan segera lakukan pengukuran absorbansi (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam).
d) Baca masing-masing absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm.
e) Buat kurva kalibrasinya.

3.6 Prosedur

a) Pipet 50 mL contoh uji, masukkan kedalam gelas piala 200 mL.
b) Tambahkan 1 mL larutan sulfanilamida, kocok dan biarkan 2 menit sampai dengan 8 menit.
c) Tambahkan 1 mL larutan NED dihidrochlorida, kocok biarkan selama 10 menit dan segera lakukan pengukuran (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam).
d) Baca absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm.

3.7 Perhitungan

3.7.1 Kadar nitrit

a) Masukkan hasil pembacaan absorbansi contoh uji kedalam kurva kalibrasi.
b) Kadar nitrit adalah hasil pembacaan larutan konsentrasi contoh uji dari kurva kalibrasi.

3.7.2 Persen temu balik (% Recovery)

Pembuatan s*pike matrix*:

a) 40 mL contoh uji ditambah 10 mL larutan baku NO_2-N 0,5 mg/L.
b) Lakukan langkah pada butir 3.6 b) sampai dengan 3.6 d).

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

dengan pengeertian:

E adalah kadar contoh uji yang di *spike*, mg/L;
F adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike*, mg/L;
G adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*), mg/L;

G = (y)(z) / v

dengan pengertian:

y adalah volume larutan baku yang ditambahkan, mL;
z adalah kadar larutan baku;
v adalah volume akhir contoh uji yang di *spike*, mL.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia pro analisis (pa).
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 48 jam.

4.2 Pengendalian mutu

a) Linieritas kurva kalibrasi (r) harus > 0,99.
b) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi. Kadar nitrit dalam larutan blanko harus lebih kecil dari batas deteksi.
c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian. Perbedaan hasil analisis duplo tidak boleh lebih dari 5%.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi dapat dilakukan dengan salah satu dari berikut ini:

a) Analisis *CRM*

   Lakukan analisis *CRM* (*certified reference material*) atau *SRM* (*standard reference material*) untuk kontrol akurasi. Larutan pekat *CRM* atau *SRM* diencerkan dengan air suling sampai konsentrasi 0,1 mg/L. Kemudian lakukan langkah sesuai prosedur.

b) Analisis *blind sample.*

c) Analisis contoh spike dengan kisaran temu balik (*% recovery*) 90% sampai dengan 110%.

d) Buat kartu kendali (*control chart*).

Lampiran A

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama analis.
3) Tanggal analisis.
4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
5) Rekaman kurva kalibrasi atau kromatografi.
6) Nomor contoh uji.
7) Tanggal penerimaan contoh uji.
8) Batas deteksi.
9) Rekaman hasil perhitungan.
10) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau *CRM* atau *blind sample* (bila dilakukan).
11) Kadar nitrit dalam contoh uji.

Bibliografi

Lenore S.Clesceri et al. "*Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*", 4500-NO_2^-, 20th Edition, 1998, Washington DC: APHA, AWWA, WEF.