SNI

SNI 06-6989.30-2005

Standar Nasional Indonesia

Air dan air limbah – Bagian 30 : Cara uji kadar amonia dengan spektrofotometer secara fenat

ICS 13.060.01

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi 1
3 Cara uji 1
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu 3
5 Rekomendasi 4
Lampiran A Pelaporan 5
Bibliografi 6

Prakata

SNI ini merupakan hasil kaji ulang dan revisi dari SNI 19-1655-1989, *Cara uji kadar amonium dalam air dan air buangan*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater,* 20 th Edition (1998), 4500-NH_3 F, editor L. S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, Panitia Teknis *Sistem 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 3 – 4 November 2004 di Depok.

Dengan ditetapkannya SNI 06-6989.30-2005 ini, maka penerapan SNI 19-1655-1989 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.

Air dan air limbah – Bagian 30 : Cara uji kadar amonia dengan spektrofotometer secara fenat

1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk penentuan kadar amonia dengan spektrofotometer secara fenat dalam contoh air dan air limbah pada kisaran kadar 0,1 mg/L sampai dengan 0,6 mg/L NH_3-N pada panjang gelombang 640 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1
larutan induk amonia
larutan yang mempunyai kadar amonia 1000 mg/L, yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.2
larutan baku amonia
larutan induk amonia yang diencerkan dengan air suling sampai kadar tertentu

2.3
larutan kerja amonia
Larutan baku amonia yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

2.4
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan baku dengan hasil pembacaan serapan yang merupakan garis lurus

2.5
larutan blanko
air suling yang perlakuannya sama dengan contoh uji

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Amonia bereaksi dengan hipoklorit dan fenol yang dikatalisis oleh natrium nitroprusida membentuk senyawa biru indofenol.

3.2 Bahan

3.2.1 Amonium klorida (NH_4Cl);

3.2.2 Larutan fenol (C_6H_5OH)

Campurkan 11,1 mL fenol yang dicairkan (kadar fenol lebih besar atau sama dengan 89%) dengan etil alkohol 95% di dalam labu ukur 100 mL, kemudian tambahkan etil alkohol 95% sampai tanda tera dan dihomogenkan.

CATATAN Larutan ini harus disiapkan setiap minggu.

3.2.3 Natrium nitroprusida ($C_5FeN_6Na_2O$) 0,5%

Larutkan 0,5 g natrium nitroprusid dalam 100 mL air suling dan dihomogenkan.

CATATAN Larutan ini tahan hingga 1 bulan apabila disimpan dalam botol gelap.

3.2.4 Larutan alkalin sitrat ($C_6H_5Na_3O_7$)

Larutkan 200 g trinatrium sitrat dan 10 g NaOH, masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, tepatkan dengan air suling sampai tanda tera dan dihomogenkan.

3.2.5 Natrium hipoklorit (NaClO) 5%

3.2.6 Larutan pengoksidasi

Campur 100 mL larutan alkalin sitrat dengan 25 mL natrium hipoklorit.

CATATAN Larutan ini harus dipersiapkan setiap kali sebelum pengujian.

3.3 Peralatan

a) spektrofotometer;
b) timbangan analitik;
c) erlenmeyer 50 mL;
d) labu ukur 100 mL; 500 mL dan 1000 mL;
e) gelas ukur 25 mL;
f) pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL dan 5,0 mL;
g) pipet ukur 10 mL dan 100 mL; dan
h) gelas piala 1000 mL.

3.4 Persiapan pengujian

3.4.1 Pembuatan larutan induk amonia 1000 mg N/L

Larutkan 3,819 g amonium klorida (telah dikeringkan pada suhu 100°C) dalam labu ukur 1000 mL, dan encerkan dengan air suling sampai tanda tera kemudian dihomogenkan.

3.4.2 Pembuatan larutan baku amonia 100 mg N/L

a) pipet 10 mL larutan induk amonia 1000 mg N/L dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan.

3.4.3 Pembuatan larutan baku amonia 10 mg N/L

a) pipet 10 mL larutan baku amonia 100 mg N/L dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan.

3.4.4 Pembuatan larutan kerja amonia

a) pipet 0,0 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL dan 5,0 mL larutan baku amonia 10 mg N/L dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera sehingga diperoleh kadar amonia 0,0 mg N/L; 0,1 mg N/L; 0,2 mg N/L; 0,3 mg N/L dan 0,5 mg N/L.

3.4.5 Pembuatan kurva kalibrasi

a) optimalkan alat spektrofotometer sesuai dengan petunjuk alat untuk pengujian kadar amonia;
b) pipet 25 mL larutan kerja dan masukkan masing-masing ke dalam erlenmeyer;
c) tambahkan 1 mL larutan fenol dan dihomogenkan;
d) tambahkan 1 ml natrium nitroprusid, dihomogenkan;
e) tambahkan 2,5 ml larutan pengoksidasi, dihomogenkan;
f) tutup erlenmeyer tersebut dengan plastik atau parafin film;
g) biarkan selama 1 jam untuk pembentukan warna;
h) masukkan ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat serapannya pada panjang gelombang 640 nm;
i) buat kurva kalibrasi dari data h) di atas dan atau tentukan persamaan garis lurusnya.

3.5 Prosedur

a) pipet 25 ml contoh uji masukkan ke dalam erlenmeyer 50 mL;
b) tambahkan 1 mL larutan fenol, dihomogenkan;
c) tambahkan 1 mL natrium nitroprusid, dihomogenkan;
d) tambahkan 2,5 mL larutan pengoksidasi, dihomogenkan;
e) tutup erlenmeyer tersebut dengan plastik atau parafin film;
f) biarkan selama 1 jam untuk pembentukan warna;
g) masukkan ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat serapannya pada panjang gelombang 640 nm.

3.6 Perhitungan

Kadar amonia (mg N/L) = C X fp

dengan pengertian :
C adalah kadar yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L);
fp adalah faktor pengenceran.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia *pro analysis* (p.a).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
e) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.

4.2 Pengendalian mutu

a) Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,97 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
b) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.
d) Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 5% maka dilakukan pengukuran ketiga.
e) Apabila contoh uji mengandung zat tersuspensi, contoh uji dapat disaring atau didestilasi.
f) Apabila contoh uji mengandung H_2S, contoh uji diasamkan dengan HCl sampai pH 3.

5. Rekomendasi

Kontrol akurasi

a) Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis *spike matrix* kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.
b) Buat *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 hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
5) Rekaman kurva kalibrasi.
6) Nomor contoh uji.
7) Tanggal penerimaan contoh uji.
8) Batas deteksi.
9) Rekaman hasil perhitungan.
10) Hasil pengukuran persen *recovery* (bila dilakukan).
11) Kadar analit contoh uji.

Bibliografi

L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998), 4500-NH_3 F, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC.