SNI

SNI 06-6989.31-2005

Standar Nasional Indonesia

Air dan air limbah – Bagian 31 : Cara uji kadar fosfat dengan spektrofotometer secara asam askorbat

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 2
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 19-1657-1989, *Cara uji kadar fosfat 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-P E, 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 06-6989.31-2005 ini, maka penerapan SNI 19-1657-1989 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 31 : Cara uji kadar fosfat dengan spektrofotometer secara asam askorbat

1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk penentuan kadar fosfat dengan spektrofotometer secara asam askorbat dalam contoh air dan air limbah pada kisaran kadar 0,01 mg P/L sampai dengan 1,0 mg P/L pada panjang gelombang 880 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1
larutan induk fosfat
larutan yang mempunyai kadar fosfat 500 mg/L, yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

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

2.3
larutan kerja fosfat
Larutan baku fosfat 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

Dalam suasana asam, amonium molibdat dan kalium antimonil tartrat bereaksi dengan ortofosfat membentuk senyawa asam fosfomolibdat kemudian direduksi oleh asam askorbat menjadi kompleks biru molibden.

3.2 Bahan

a) Larutan asam sulfat (H_2SO_4) 5N
Masukkan dengan hati-hati 70 mL asam sulfat pekat ke dalam gelas piala yang berisi 300 mL air suling dan diletakkan pada penangas es. Encerkan larutan dengan air suling sampai 500 mL dan dihomogenkan.

b) Larutan kalium antimonil tartrat ($K(SbO)C_4H_4O_6.½ H_2O$)
Larutkan 1,3715 g kalium antimonil tartrat dengan 400 mL air suling dalam labu ukur 500 mL. Kemudian tambahkan air suling hingga tepat tanda tera dan dihomogenkan.

c) Larutan amonium molibdat ((NH4)6Mo7O24.4H2O)
Larutkan 20 g ammonium molibdat dalam 500 mL air suling dan dihomogenkan.

d) Larutan asam askorbat, C6H8O6 0,1 M
Larutkan 1,76 g asam askorbat dalam 100 mL air suling.

CATATAN Larutan ini stabil selama 1 minggu pada suhu 4°C

e) Larutan campuran
Campurkan secara berturut-turut 50 mL H_2SO_4 5N, 5 mL larutan kalium antimonil tartrat, 15 mL larutan ammonium molibdat dan 30 mL larutan asam askorbat.

CATATAN 1 Bila terbentuk warna biru, larutan campuran tidak dapat digunakan.

CATATAN 2 Jika terjadi kekeruhan pada larutan campuran, kocok dan biarkan beberapa menit sampai hilang kekeruhannya sebelum digunakan.

CATATAN 3 Larutan campuran ini stabil selama 4 jam.

f) Kalium dihidrogen fosfat anhidrat (KH2PO4)

3.3 Peralatan

a) spektrofotometer;
b) timbangan analitik;
c) erlenmeyer 125 mL;
d) labu ukur 100 mL; 250 mL dan 1000 mL;
e) gelas ukur 25 mL dan 50 mL;
f) pipet ukur 10 mL;
g) pipet volumetrik 2 mL; 5 mL; 10 mL; 20 mL dan 25 mL;
h) gelas piala 1000 mL; dan
i) pipet tetes.

3.4 Persiapan pengujian

3.4.1 Pembuatan larutan induk fosfat 500 mg P/L

a) larutkan 2,195 g kalium dihidrogen fosfat anhidrat, KH_2PO_4 dengan 100 mL air suling dalam labu ukur 1000 mL;
b) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan.

CATATAN Larutan induk fosfat yang digunakan dapat diperoleh dari larutan induk fosfat siap pakai yang diperdagangkan.

3.4.2 Pembuatan larutan baku fosfat 10 mg P/L

a) pipet 2 mL larutan induk fosfat 500 mg P/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 kerja fosfat

a) pipet 0 mL; 5 mL; 10 mL; 20 mL dan 25 mL larutan baku fosfat yang mengandung 10 mg P/L dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 250 mL;
b) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh kadar fosfat 0,0 mg P/L; 0,2 mg P/L; 0,4 mg P/L; 0,8 mg P/L dan 1,0 mg P/L.

3.4.4 Pembuatan kurva kalibrasi

a) optimalkan alat spektrofotometer sesuai dengan petunjuk alat untuk pengujian kadar fosfat;
b) pipet 50 mL larutan kerja dan masukkan masing-masing ke dalam erlenmeyer;
c) tambahkan 1 tetes indikator fenolftalin. Jika terbentuk warna merah muda, tambahkan tetes demi tetes H_2SO_4 5N sampai warna hilang;
d) tambahkan 8 mL larutan campuran dan dihomogenkan;
e) masukkan ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat serapannya pada panjang gelombang 880 nm dalam kisaran waktu antara 10 menit sampai 30 menit;
f) buat kurva kalibrasi dari data e) di atas atau tentukan persamaan garis lurusnya.

3.5 Prosedur

a) pipet 50 mL contoh uji secara duplo dan masukkan masing-masing ke dalam erlenmeyer;
b) tambahkan 1 tetes indikator fenolftalin. Jika terbentuk warna merah muda, tambahkan tetes demi tetes H_2SO_4 5N sampai warna hilang;
c) tambahkan 8 mL larutan campuran dan dihomogenkan;
d) masukkan ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat serapannya pada panjang gelombang 880 nm dalam kisaran waktu antara 10 menit sampai 30 menit.

3.6 Perhitungan

Kadar fosfat (mg P/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.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi

a) Analisis CRM
Lakukan analisis *Certified Reference Material* (CRM) untuk kontrol akurasi.
b) Analisis *blind sample*.
c) Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
d) Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis spike matrik. Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.
e) 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-P E, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC.