

TUGAS AKHIR

PERPUSTAKAAN FTSP UII	
HADIAH/BELI	
TGL. TERIMA :	10 Mei 2007
NO. JUDUL :	002421
NO. INV. :	020002421001
NO. INDUK :	

**PENURUNAN KONSENTRASI TOTAL NITROGEN
DAN TOTAL FOSFAT PADA *EFFLUENT SEPTICTANK*
DENGAN *SUBSURFACE WASTEWATER*
INFILTRATION SYSTEMS
(*SWIS*)**

Diajukan kepada Universitas Islam Indonesia
untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh
gelar sarjana jurusan Teknik Lingkungan



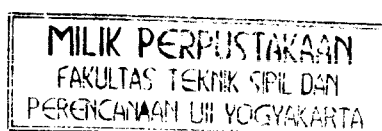
DISUSUN OLEH :

Nama : Uswatun khasanah

No. MHS : 01513105

**JURUSAN TEKNIK LINGKUNGAN
FAKULTAS TEKNIK SIPIL DAN PERENCANAAN
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA**

2007



LEMBAR PENGESAHAN

**PENURUNAN KONSENTRASI TOTAL NITROGEN
DAN TOTAL FOSFAT PADA *EFFLUENT SEPTICTANK*
DENGAN *SUBSURFACE WASTEWATER
INFILTRATION SYSTEMS*
(*SWIS*)**

DISUSUN OLEH :

Nama : Uswatun khasanah

No. MHS : 01513105

Program Studi : Teknik Lingkungan

Telah diperiksa dan disetujui Oleh :

IR. H. Kasam, MT

Dosen Pembimbing I

Hudori, ST

Dosen Pembimbing II



Tanggal : 8-3-2007



Tanggal :

KATA PENGANTAR



Assalamualaikum Wr. Wb,

Alhamdulillah atas segala rahmat yang telah diberikan oleh Allah, sebab tiada makna yang lebih besar daripada rahmat yang telah diberikan oleh-Nya. Serta tak lupa kami haturkan shalawat dan salam kepada junjungan Nabi besar kita nabi Muhammad SAW. Sehingga atas ridho-Nya kami dapat menyelesaikan tugas akhir kami yang berjudul “**Penurunan Konsentrasi Total Nitrogen dan Total Fosfat pada *Effluent Septic tank* dengan *Subsurface Wastewater Infiltration systems (SWIS)*”.**

Tugas akhir ini merupakan syarat terakhir yang harus kami tempuh untuk menyelesaikan pendidikan pada jenjang Strata Satu (S1), pada Jurusan teknik Lingkungan Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan Universitas Islam Indonesia. Sebagaimana kita hidup bermasyarakat yang tidak mungkin lepas dari bantuan orang lain, begitu pula dalam penyusunan tugas akhir ini yang tidak luput dari bantuan banyak pihak. Maka tidak lupa kami ucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. **Bapak Prof. Dr. drs. Edy Suandi Hamid, MEd** selaku rektor Universitas Islam Indonesia
2. **Ruzardi, Dr, Ir, H, MS**, selaku dekan Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan Universitas Islam Indonesia.

3. **Luqman Hakim, ST, Msi**, selaku ketua Jurusan Teknik Lingkungan Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan Universitas Islam Indonesia
4. **Ir.H.Kasam, MT**, selaku dosen Pembimbing I yang selalu sabar
5. **Hudori, ST**, selaku dosen Pembimbing II yang selalu penuh perhatian
6. **Mas Iwan Amd** selaku Laboran di Laboratorium kualitas lingkungan Jurusan Teknik Lingkungan.
7. Seluruh karyawan di jurusan teknik Lingkungan FTSP UII yang memperlancar tersusunnya tugas akhir ini.
8. Semua pihak yang telah memberi bantuan dan dukungan yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu.

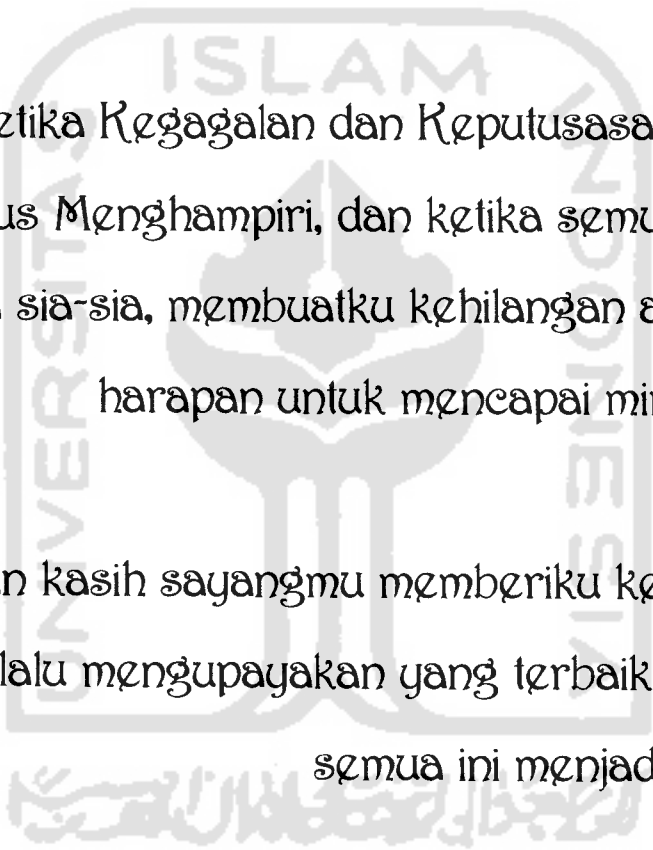
Tentunya sebagai manusia tidak pernah luput dari kesalahan, sehingga dalam penyusunan tugas akhir ini masih banyak terdapat kekeliruan dan kekurangan. Oleh karena itu kami mohon maaf atas segala kesalahan dan kekurangan yang ada, serta tak lupa bagi para pembaca untuk dapat memberikan kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan tugas akhir ini.

Semoga laporan tugas akhir ini dapat memberikan manfaat bagi perkembangan dunia keteknik lingkungan dan semoga Allah SWT selalu meridhoi kita semua, Amin..

Wassalamualaikum Wr. Wb.

Jogjakarta, Februari 2007

Penyusun



Ketika Kegagalan dan Keputusasaan terus menerus Menghampiri, dan ketika semua usaha sepertinya sia-sia, membuatku kehilangan arah dan harapan untuk mencapai mimpi ini ..

Doa dan kasih sayangmu memberiku ketegaran untuk selalu mengupayakan yang terbaik sampai semua ini menjadi nyata...

Didedikasikan kepada :

My lovely parents, Brother dan Sister..
dan my beloved person

Terimakasih Telah memahamiku ...

MOTTO

"Setiap pagi ketika hendak beranjak dari tempat tidur, aku selalu bertanya pada diriku sendiri ;

- *Apa yang aku inginkan?*
- *Apa yang ingin aku lakukan untuk membuat hidupku lebih baik?*
- *Apa yang ingin aku lakukan agar aku merasa bahwa hidup itu sangat berarti dan menyenangkan?*
- *Apa yang ingin aku tambahkan dalam hidupku? "* (Penulis)

" Yang penting bukan berapa kali aku gagal, tapi yang penting berapa kali aku bangkit dari kegagalan " (Anonim)

" Allah mengulurkan Tangan-Nya untuk menolong mereka yang telah berusaha keras " (Aeschylus)

" Yang penting ikhlas, kemudian Biarlah terjadi apa yang akan terjadi "
(Abu musa Al asy'ari)

" Jika ingin Sukses, jadilah seperti Elang, berani sendirian dan terbang lebih tinggi dari burung lainnya "
(Satria hadi Lubis)

" 'Aku Tidak Bisa melakukannya' Tak pernah menyelesaikan apapun. 'Akan kucoba' telah mewujudkan hal-hal yang menakjubkan " (George Bunhem)

"Didunia, kita memilih bukan terpilih. Diakhirat, kita terpilih bukan memilih"
(Satria hadi Lubis)

THANKS TO :

Allah SWT yang telah memberiku lebih dari apa yang aku minta...

Kedua orang tuaku, Bapak H.Achmad Zahrie & Mama Hj. Dewi Fatmawati..yang selalu memberi dorongan materiil terutama, juga Moril (Maaf ya pa, ma baru bisa lulus sekarang..).

Kakak-kakakku : Mba vivi & M' anto makasih ya mba nasehat dan masukkannya, serta supportnya biar uas cepet lulus.., Mas yeyen makasih juga ya saran dan dukungan materiilnya, Mba Lili makasih bgt ya uda care ma aku..kita jarang-jarangkan bisa akur.., & My Lil' Bro.. Akhirnya aku Lulus juga Nih..Tanpa Support kalian aku ga akan sanggup ngadepin ini semua. Aku sayang kalian....

Bapak H.Kasam, MT dan Bapak Hudori, ST Terimakasih atas Bimbingan, waktu dan Ilmunya..moga bisa bermanfaat..juga mas iwan makasih bgt ya atas saran dan bantuannya sampe aku dapet tempat juga buat ngeLab...

My Beloved person yang sekaligus uda jadi sahabat juga kakak buat aku..Febri Kurniawan,CST kapan nih lulusnya? Aku duluan ya, ebi cepetan nyusul ya.., Bi makasih ya uda mo nemenin uush untuk saat-saat senang maupun susah dan untuk b'juang melewatiini semua..Moga cita-cita mulia kita dapat terwujud ya bi..Amin..

Sahabat-sahabatku di Unit SL 32 : ayuk Via, Rosy (Ah bo' Cuape dueh..), Woro (calon Ustadzah), Andi (boz genk yang uda jauh diaceh), Bang Rommy (hati tak seantagonis wajahnya ko'), fajar (djarwo), eko, udin, yayeng, bayu, m'didi... moge persahabatan ini akan terus menyatukan kita. Kapan kita ketempat babe? Miz u Guys...

Temen-temen SMU 64 ku..Arum, nella, mamah, Ririd..guys nih akhirnya aku lulus juga kan, hore aku uda bisa nyusul kalian.

Anak-anak TL '01 seperjuanganku Icha, Cucu, Nana, sherly, Wiwin ST, ani, Lia '02, rani '02, ntis '02 (temen seperjuangan disaat-saat sminar hasil dan pendadaran..), dede, joko, bagus, arif, nung, wiwin, ayu, indri..thanks guys supportnya..kita wisuda bareng nih..m'fahri '00 makasih ya uda bantuin ngangkutin limbah..

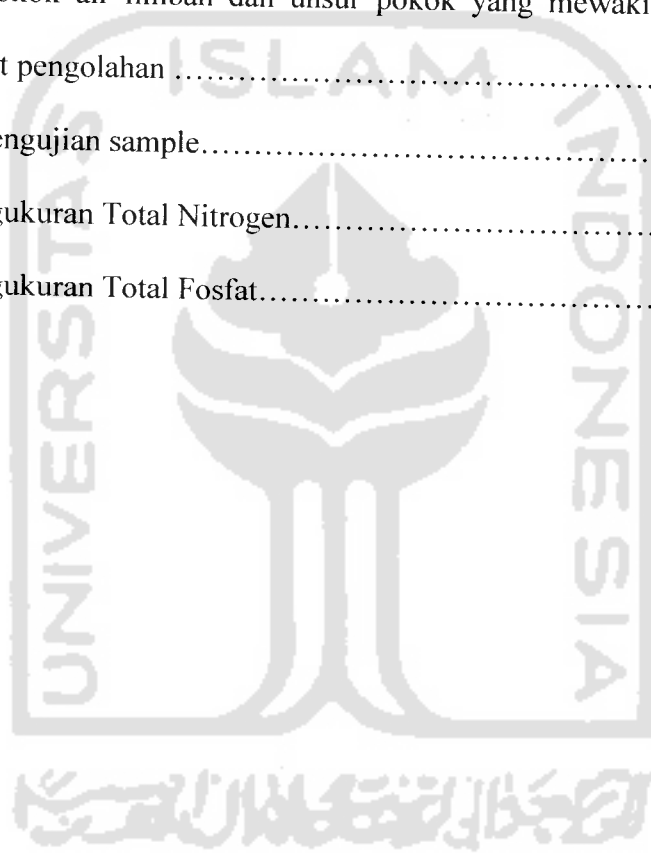
y 4th room...Teddy-Bobbyku, Shady (alm. Only God know why), Pil-pil (cepatan pulang pil..), blue BE 8641 EA ku..

2.1.4. Pengolahan air Limbah.....	9
2.1.5. Jenis pengolahan air Limbah.....	10
2.1.6. Langkah-langkah pengolahan air limbah.....	11
2.2. Total Nitrogen dan Total Fosfat dalam air limbah domestik.....	13
2.2.1. Total Nitrogen.....	13
2.2.2. Total Fosfat.....	14
2.3. Landasan Teori.....	15
2.3.1. Subsurface Wastewater Infiltration systems.....	15
2.3.2. Desain-desain Subsurface Wastewater Infiltration systems.....	23
2.4. Hipotesa.....	26
BAB III : METODOLOGI PENELITIAN	
3.1. Jenis Penelitian.....	28
3.2. Objek Penelitian.....	28
3.3. Lokasi Penelitian.....	28
3.4. Parameter Penelitian dan Metode uji.....	29
3.5. Variabel penelitian.....	29
3.6. Bahan dan Alat Penelitian.....	30
3.6.1. Penyediaan media pasir dan kerikil.....	30
3.6.2. Alat penelitian.....	30
3.7. Pelaksanaan Penelitian.....	32
3.7.1. Persiapan Media.....	32
3.7.2. pengambilan sample awal.....	33
3.7.3. Persiapan Alat.....	33
3.7.4. Proses Sampling.....	34
3.7.5. Prosedur penelitian.....	34

3.8. Analisis data.....	35
3.9. Konstruksi SWIS.....	36
BAB IV : HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	
4.1. Hasil Penelitian.....	38
4.1.1. Total Nitrogen.....	38
4.1.2. Total Fosfat.....	39
4.2. Analisa data.....	39
4.2.1. Analisa Total Nitrogen.....	39
4.2.2. Analisa Total Fosfat.....	41
4.3. Pembahasan.....	43
4.3.1. Total Nitrogen.....	48
4.3.2. Total Fosfat.....	53
BAB V : KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1. Kesimpulan.....	56
5.2. Saran.....	57
DAFTAR PUSTAKA.....	58
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik air limbah WC/kakus atau <i>Black Water</i>	8
Tabel 2.2 Contoh performance removal sistem infiltrasi tanah.....	20
Tabel 2.3 Karakteristik <i>effluent septic tank</i> domestic.....	21
Tabel 2.4 Unsur pokok air limbah dan unsur pokok yang mewakili pada <i>effluent</i> berbagai macam unit pengolahan	22
Tabel 3.1 Metode pengujian sample.....	29
Tabel 4.1 Hasil pengukuran Total Nitrogen.....	38
Tabel 4.2 Hasil Pengukuran Total Fosfat.....	39



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Pengolahan air limbah system Onsite secara konvensional.....	16
Gambar 2.2 <i>Subsurface wastewater infiltration systems (SWIS)</i> konvensional.....	17
Gambar 2.3 Desain Subsurface wastewater infiltration system/batas performen.....	17
Gambar 2.4 Sistem infiltrasi tipe “Mound”.....	23
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian.....	27
Gambar 3.2 Reaktor penelitian.....	34
Gambar 3.3 Konstruksi SWIS tampak atas dengan 1 pipa distribusi.....	36
Gambar 3.4 Konstruksi SWIS tampak atas dengan 2 pipa distribusi.....	36
Gambar 3.5 Konstruksi SWIS tampak atas dengan 3 pipa distribusi.....	37
Gambar 3.3 Konstruksi SWIS tampak melintang.....	37
Gambar 3.3 Konstruksi SWIS tampak membujur.....	37
Gambar 4.1 Konsentrasi Total Nitrogen pada reaktor 1.....	40
Gambar 4.2 Konsentrasi Total Nitrogen pada reaktor 2.....	40
Gambar 4.3 Konsentrasi Total Nitrogen pada reaktor 3.....	41
Gambar 4.4 Efisiensi removal Total Nitrogen pada variasi reaktor 1, 2 dan 3.....	41
Gambar 4.5 Konsentrasi Total Fosfat pada reaktor 1.....	42
Gambar 4.6 Konsentrasi Total Fosfat pada reaktor 2.....	42
Gambar 4.7 Konsentrasi Total Fosfat pada reaktor 3.....	42
Gambar 4.8 Efisiensi removal Total Fosfat pada variasi reaktor 1, 2 dan 3.....	43

**PENURUNAN KONSENTRASI TOTAL NITROGEN
DAN TOTAL FOSFAT PADA *EFFLUENT SEPTICTANK*
DENGAN *SUBSURFACE WASTEWATER
INFILTRATION SYSTEMS*
(*SWIS*)**

Uswatun Khasanah

Abstraksi

Subsurface wastewater Infiltration Systems (SWIS) adalah salah satu alternatif teknik yang digunakan untuk pengolahan limbah cair domestik sistem onsite. Konsepnya adalah dengan melewatkan air limbah ke permukaan media peresapan melalui pipa distribusi sehingga air limbah dapat merembes dan tersaring secara merata. kemudian akan diteruskan ke tanah bagian dasar galian menuju air tanah. Ketika air limbah merembes pada media dan tanah, air limbah diolah dan di removal melalui berbagai macam proses dan reaksi, yaitu fisik, biologi dan kimia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui Penurunan konsentrasi Total Nitrogen dan Total Fosfat dalam *effluent septic tank* dengan reaktor *Subsurface Wastewater Infiltration Systems (SWIS)*.

Pada penelitian ini menggunakan reaktor *SWIS* dengan variasi pipa distribusi yaitu 1, 2 dan 3 pipa distribusi dengan metode *batch*. Penelitian ini menggunakan tiga buah reaktor dengan dimensi 0,60 m x ,30 m x 0,25 m dengan menggunakan media pasir dan kerikil sebagai media penyerapan dan waktu detensi 2 jam. Reaktor dibagi menjadi 3 dimana reaktor ini dialiri limbah dengan konsentrasi 100% dengan variasi pipa distribusi 1,2 dan 3 pipa.

Dalam penelitian ini diperoleh bahwa reaktor *SWIS* dengan media pasir dan kerikil dapat menurunkan parameter Total Nitrogen 12,01% - 39,95 %, Total Fosfat sebesar 12,99% - 43,83 %.

Kata Kunci : *Subsurface Wastewater Infiltration systems, effluent septic tank, Total Nitrogen dan Total Fosfat.*

**REDUCING OF CONCENTRATION TOTAL NITROGEN
AND TOTAL FOSFAT IN EFFLUENT SEPTICTANK
WITH *SUBSURFACE WASTEWATER
INFILTRATION SYSTEMS*
(SWIS)**

Uswatun Khasanah

Abstract

Subsurface wastewater Infiltration Sistems (SWIS) are the one of alternative used for the treatment of onsite system domestic wastewater. The principle of SWIS passes wastewater to the infiltration surface with use distribution pipe so wastewater can infiltrate and percolate in a spread manner of the media. Then will through the underlying soil to the ground water. As the wastewater infiltrates and percolates through the medium and soil, it is treated and removed through a variety of physical, chemical, and biologys processes and reaction. This research aimed to identify reducing concentrations of Total Nitrogen and Total Phosphorus in septic tank effluent with *Subsurface Wastewater Infiltration Systems (SWIS)* reactor.

This research use *SWIS* reactor with variations of 1,2 and 3 distribution pipe based on batch method. Three reactors were used with dimension of 0,60 m x ,30 m x 0,25 m with applied sand and gravel as the infiltrative medium and detention time for 2 hours. Reactors were divided into three where wastes of 100% concentration were flowed with variation of 1,2 and 3 distribution of pipe.

It was found that *SWIS* reactor with sand and gravel medium was able to reduce Total Nitrogen and Total Phosphorus of 12,01% - 39,95 % and 12,99% - 43,83 %.

Key Words : *Subsurface Wastewater Infiltration sistems*, effluent septic tank, Total Nitrogen and Total Phosphorus.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Air Limbah merupakan hal yang tidak dapat dipisahkan dengan kehidupan manusia sehari-hari, oleh sebab itu air limbah ini akan selalu diupayakan, agar tidak mempengaruhi kondisi lingkungan dan kesehatan manusia. Karena air limbah yang dihasilkan dari aktivitas manusia tersebut tidak saja mempengaruhi aspek lingkungan dan kesehatan manusia, bahkan mempengaruhi produktifitas kerja manusia yang tinggal didalam lingkungan yang tidak sehat.

Pada zaman dahulu orang belum mengolah air limbah yang dihasilkan, karena kuantitas air limbah belum mempengaruhi kondisi lingkungan dan kualitasnya dapat diolah sendiri secara alamiah yang dikenal dengan *Self Purifications*.

Tetapi sekarang, dimana pertambahan penduduk cukup tinggi, sedangkan sumberdaya air, baik kuantitas maupun kualitasnya semakin menurun, khususnya air tanah mulai tercemar oleh air limbah rumah tangga yang tidak dikendalikan dengan baik. Dengan Berkembangnya teknologi pengolahan air limbah, maka instalasi maupun komponen instalasi yang digunakan saat ini banyak menggunakan teknologi yang modern pula. Namun demikian, karena keterbatasan khususnya dalam operasi dan pemeliharaan instalasi pengolahan air limbah, maka masyarakat Indonesia masih memerlukan teknologi yang sesuai dengan kondisi sosial dan ekonomi saat ini.

Pengolahan air limbah mulai dari pedesaan, kota kecamatan hingga kota besar, menggunakan instalasi pengolahan air limbah dalam bentuk instalasi seperti tangki septik dan cubluk serta sumur resapan, yang masih sesuai dengan tingkat pelayanan kesehatan lingkungan bagi masyarakat yang terdapat dipedesaan, kota kecil maupun kota besar.

Untuk mengetahui apakah pengolahan air limbah dari sumbernya layak atau tidak, dapat dilihat dari berbagai kasus pada tiap pembangunan perumahan yang kurang atau bahkan tidak sama sekali memperhatikan standar yang ada sebagai pedoman atau *guide line* pembangunan sistem pengolahan air limbah.

Apabila air limbah dari sumber tersebut diketahui tidak memenuhi syarat-syarat yang ditentukan maka diperlukan pengolahan terlebih dahulu. Teknologi pengolahan air limbah yang dipilih harus dapat meningkatkan kualitas air efluent dari sistem yang digunakan baik secara fisik, kimia maupun bakteriologis. Karena kualitas air efluent dari satu sistem yang memenuhi persyaratan baku mutu air limbah maka kondisi sanitasi pun akan tercipta dengan baik.

Permasalahan sanitasi permukiman kota yang hingga saat ini masih belum tergarap dengan baik yaitu pembuangan air limbah rumah tangga, dimana sebagian besar masyarakat masih membuang limbah rumah tangga ke saluran terbuka yang menimbulkan lingkungan permukiman menjadi kotor dan merupakan salah satu penyebab banjir akibat penyumbatan gorong-gorong oleh sampah yang dibuang ke saluran air limbah dan saluran drainase. Disisi lain saluran drainase lingkungan yang ada kurang dapat berfungsi sebagaimana mestinya karena pendangkalan dan tidak memperhatikan aspek lingkungan dan siklus hidrologi serta yang paling utama adalah pemeliharaan.

Air buangan domestik pada umumnya mengandung kadar kimia yang relatif sangat tinggi, Salah satu bentuk senyawa kimia terlarut yang penting disini adalah Total nitrogen dengan konsentrasi 20-70 mg/L dan Fosfat 4-30 mg/L.

Beberapa cara untuk menghilangkan Total Nitrogen diantaranya adalah dengan pengolahan fisik, kimia, biologi diantaranya adalah infiltrasi padatan dan media lain, cara flokulasi dan pengendapan. Sedangkan cara untuk pengolahan Fosfat yaitu dengan proses Infiltrasi oleh tanah ataupun media lain dan flokulasi.

Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan di Universitas Wisconsin, amerika pada tahun 1978 pengurangan kontaminan (removal) dimulai dari effluent septic tank kemudian diteruskan ke pipa distribusi menuju SWIS. Untuk parameter BOD₅ dengan konsentrasi 130-150 mg/L dapat diremoval dari 90-98%. Penelitian di Reneau amerika pada tahun 1977 penggunaan SWIS untuk Total Nitrogen dengan konsentrasi 45-55 mg/L diremoval mulai dari 10-40 %. Oleh karena itu menurut sensus Bureau (1999) di amerika kira-kira 23% dari 115 juta rumah di amerika telah menggunakan SWIS.

Dengan jumlah SWIS yang telah banyak digunakan di amerika, maka dilakukan penelitian ini dan diharapkan dapat juga diterapkan di Indonesia untuk mengurangi beban polutan yang masuk ke dalam tanah dan dapat menyebabkan pencemaran air tanah yang biasa digunakan sebagai sumber air minum. Seiring dengan pesatnya perkembangan zaman, mendorong untuk melakukan penelitian – penelitian selanjutnya guna mengembangkan teknologi dalam hal pengelolaan air sehingga diharapkan nantinya akan menghasilkan suatu teknologi yang mampu menjawab kebutuhan manusia akan air , khususnya pengolahan air limbah.

Sehingga dihasilkan air yang benar – benar memenuhi standar yang dianjurkan dan sesuai bagi kesehatan lingkungan.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah yang telah dikemukakan diatas maka, didapat rumusan masalah sebagai berikut :

- a. Seberapa besar laju kemampuan *subsurface wastewater infiltration systems* dalam menurunkan Total Nitrogen dan Fosfat didalam air limbah domestik (*effluent septictank*)?
- b. Apakah terjadi perbedaan hasil dari proses *Subsurface Infiltration* apabila variasi pemasangan pipa distribusi diubah ubah?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. Mengetahui kemampuan *Subsurface Wastewater Infiltration Systems* dalam menurunkan kadar Total Nitrogen dan Total Fosfat dalam air limbah domestik (*effluent septictank*).
- b. Mengetahui Sistem pipa distribusi yang paling efektif sehingga didapatkan penurunan kadar Total Nitrogen dan Fosfat yang paling optimal.

1.4. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini adalah :

- a. Memberikan salah satu alternatif teknologi dalam menurunkan kadar Total Nitrogen dan Fosfat yang terlalu tinggi pada air limbah domestik (*effluent septictank*) yang akan dibuang ke badan air tanah.

- b. Sebagai referensi kepada penelitian berikutnya agar mencoba berbagai variasi percobaan, sehingga nantinya akan mendapatkan data yang lebih lengkap tentang kemampuan *Subsurface Wastewater Infiltration Systems* dalam menurunkan kadar Total Nitrogen dan Fosfat pada air limbah domestik (*effluent septictank*).

1.5. Batasan Masalah

Dari rumusan masalah yang ditentukan dan agar penelitian dapat berjalan sesuai dengan keinginan sehingga tidak terjadi penyimpangan, maka batasan masalah pada penelitian ini adalah :

- a. *Subsurface Infiltration* menggunakan media kerikil dan pasir.
- b. Sumber air yang digunakan adalah air limbah domestik (*effluent septictank*) yang mengandung Total Nitrogen dan Fosfat yang ada di kampus Fakultas teknik sipil dan perencanaan, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta.
- c. Variasi pemasangan pipa distribusi yaitu dengan menggunakan 1 pipa, 2 pipa dan 3 pipa.
- d. Parameter yang di ukur adalah Total Nitrogen dan Fosfat.
- e. Sistem pengaliran yang digunakan adalah dengan sistem *batch* dengan waktu detensi (Td) 2 jam.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Umum

Di zaman globalisasi yang semakin meningkat seperti sekarang ini, maka jumlah penduduk pun semakin padat serta kegiatan yang dilakukan setiap harinya pun semakin meningkat. Sehingga semakin bertambah pula air buangan yang dihasilkan. Air buangan tersebutlah yang akan mencemari badan air sehingga menyebabkan kualitas badan air menjadi tidak sesuai lagi bagi berbagai keperluan, termasuk untuk keperluan sehari-hari dan air minum.

Masalah pencemaran lingkungan merupakan masalah serius bagi manusia dan lingkungan. Hal ini didasarkan pada kenyataan bahwa tidak semua limbah yang dihasilkan diolah dan tidak semua limbah yang diolah telah memenuhi standard baku mutu lingkungan. Apabila air limbah tidak diolah secara memadai dapat mengakibatkan bahaya polusi perairan maupun di tanah atau pencemaran yang kemudian menimbulkan ketidaksinambungan dalam kehidupan karena hilangnya estetika dan konservasi alam, dan akhirnya bahaya ancaman bagi kualitas manusia yang hidup disekitarnya. Bukti ini menarik perhatian kepada masyarakat bahwa tidak ada jalan lain kecuali pengamanan melalui pengaturan dan pengolahan yang proposional (Tjokrokusumo, 1995).

Untuk itu diperlukan pengolahan atau pengelolaan yang baik pada buangan sebelum buangan tersebut dibuang ke badan air. Secara umum tujuan utama dari setiap pengolahan air buangan adalah sebagai berikut:

1. Mencegah serta mengurangi timbulnya pencemaran lingkungan
2. Mengubah dan mengkonversikan bahan-bahan yang terkandung didalam air buangan menjadi bahan-bahan yang tidak berbahaya atau bahan berguna baik bagi manusia, hewan, ataupun organisme yang lain melalui proses tertentu.
3. Memusnahkan senyawa-senyawa beracun dan atau jasad-jasad pathogen.

2.1.1 Sumber Air Buangan

Air buangan diartikan sebagai kejadian masuknya atau dimasukkannya benda padat, cair dan gas ke dalam air dengan sifatnya yang berupa endapan atau padat, padat tersuspensi, terlarut, sebagai koloid, emulsi yang menyebabkan air dimaksud harus dipisahkan atau dibuang dengan sebutan air buangan. Air buangan berasal dari buangan rumah tangga, sekolah, perkantoran, hotel, rumah sakit, pasar dan pertokoan dan lain-lain disebut air buangan domestik (Tjokrokusumo, 1995)

2.1.2 Air Buangan Domestik

Polusi air adalah penyimpangan sifat-sifat air dari keadaan normal, bukan dari kemurniaanya. Air yang tersebar di alam tidak pernah terdapat dalam bentuk murni tetapi bukan berarti semua air sudah terpolusi. Sebagai contoh : meskipun di daerah pegunungan atau hutan yang terpencil dengan udara yang bersih dan bebas dari polusi air hujan yang selalu mengandung bahan-bahan terlarut seperti CO_2 , O_2 dan N_2 serta bahan-bahan tersuspensi seperti debu dan partikel-partikel lainnya yang terbawa dari atmosfer.(Fardiaz 1992).

Air limbah rumah tangga jika dilihat dari sumbernya ada 2 macam yaitu ; air limbah rumah tangga non kakus (*grey water*), Ke dalam kategori ini termasuk air

bekas mandi, bekas cuci pakaian maupun cuci perabot dan bahan makanan, dan lain-lain. Air ini tentunya mengandung banyak sabun atau deterjen dan mikroorganisme.

Yang kedua yaitu air limbah rumah tangga yang bersumber dari toilet/kakus (*black water*) merupakan air buangan yang mengandung ekskreta, yakni tinja dan urine manusia. Sekalipun mengandung zat padat tetapi ekskreta ini dikelompokkan sebagai air buangan. Dibandingkan dengan air bekas cuci, maka ekskreta ini jauh lebih berbahaya karena mengandung banyak kuman patogen. Ekskreta ini merupakan cara transport utama bagi penyakit bawaan air, terutama bahaya bagi masyarakat berpenghasilan rendah yang seringkali juga kekurangan gizi. (Balai lingkungan permukiman, 1994)

Hal ini dapat kita lihat pada tabel 2.1 dibawah ini, yaitu karakteristik air limbah rumah tangga dari wc/kakus atau Black water berdasarkan hasil penelitian Puslitbang permukiman:

Tabel 2.1. karakteristik air limbah WC/kakus atau *Black water*

NO	PARAMETER	SATUAN	KONSENTRASI
1	pH	-	6,5 - 7
2	Temperatur	°C	37
3	Nitrogen (TKN)	Mg/L	40
	Organik	Mg/L	15
	Amonium	Mg/L	25
	Nitrat	Mg/L	0
	Nitrit	Mg/L	0
4	Sulfat	Mg/L	20
5	Phospat	Mg/L	30
6	CO ₂	Mg/L	-
7	HCO ₃	Mg/L	120
8	BOD ₅	Mg/L	220
9	COD	Mg/L	610
10	Khlorida	Mg/L	45
11	Total Coli	MPN	3 x 10 ⁵

Sumber : Laboratorium Balai lingkungan permukiman, 1994

Beberapa kemungkinan yang akan terjadi akibat masuknya limbah ke dalam lingkungan :

- Lingkungan tidak mendapat pengaruh yang berarti. Hal ini disebabkan karena volume limbah kecil, parameter pencemar yang terdapat dalam limbah sedikit dengan konsentrasi yang kecil.
- Ada pengaruh perubahan, tetapi tidak mengakibatkan pencemaran.
- Memberikan perubahan dan menimbulkan pencemaran.

2.1.3 Air Buangan Non-Domestik

Limbah non domestik adalah limbah yang berasal dari industri, pabrik, pertanian, peternakan, perikanan, transportasi, dan sumber-sumber lain (Pranoto, 2002). Limbah ini sangat bervariasi, lebih-lebih untuk limbah industri. Limbah pertanian biasanya terdiri atas bahan padat bekas tanaman yang bersifat organik, pestisida, bahan pupuk yang mengandung nitrogen dan sebagainya.

2.1.4 Pengolahan Air Limbah

Tujuan utama pengolahan air limbah adalah untuk mengurangi BOD, partikel tercampur, serta membunuh organisme patogen. Selain itu, diperlukan juga tambahan pengolahan untuk menghilangkan bahan nutrisi, komponen beracun, serta bahan yang tidak dapat terdegradasi agar konsentrasi yang ada menjadi rendah. (sugiarto,1987).

Pengolahan air limbah domestik terdiri dari dua sistem :

a. Pengolahan sistem terpusat (Off site)

yaitu pengolahan air limbah yang dilakukan secara terpusat misalnya dari setiap rumah, air buangan disalurkan melalui sistem perpipaan ke suatu tangki septik, sehingga tiap rumah tidak perlu membangun masing-masing tangki septik.

b. Pengolahan sistem ditempat (On site)

yaitu pengolahan air limbah yang dilakukan ditempat yaitu pengolahan air limbah dari suatu unit rumah dengan sistem cubluk atau tangki septik yang ditempatkan pada kavling rumah itu sendiri. (Balai lingkungan permukiman, 1994)

2.1.5 Jenis Pengolahan Air Limbah

Pengolahan air limbah dapat dibedakan menjadi 3 jenis yaitu : pengolahan secara fisik, kimiawi, dan biologi.

a. **Pengolahan secara fisik**

Pengolahan secara fisik tidak dapat diterapkan untuk berbagai pengolahan limbah. Dalam pengolahan limbah secara fisik, polutan akan dipisahkan dengan cara diendapkan. Hasil yang dicapai sangat terbatas dan memerlukan waktu yang cukup lama.

b. **Pengolahan secara kimiawi**

Pengolah limbah secara kimiawi dilakukan dengan menambahkan bahan-bahan kimia ke dalam air limbah. Dalam hal ini yang sangat penting adalah menentukan jenis bahan-bahan kimia yang diperlukan jauh lebih kecil dibandingkan pengolahan limbah secara fisik dan biologi. Air limbah yang mengandung zat-zat kimia termasuk logam berat, sangat tepat bila pengolahan limbah dilakukan secara kimiawi.

c. Pengolahan secara biologi

Pengolah limbah secara biologi terutama memanfaatkan kerja mikroorganisme. Dalam pengolahan limbah secara biologi, polutan yang degradabel yang segera dapat dihilangkan. Polutan yang degradabel merupakan makanan bagi bakteri, sehingga dalam waktu singkat bakteri akan berkembang biak dan menghabiskan makanan yang ada dalam air limbah. Proses penghancuran polutan secara biologi dapat dipercepat dengan memacu pertumbuhan bakteri.

2.1.6 Langkah-langkah pengolahan air limbah

a) Tujuan pengolahan air limbah

Biaya yang diperlukan untuk pengolahan air limbah antara lain di tentukan oleh tujuan pengolahan air limbah, apakah air limbah hanya akan diolah dengan tujuan akan dibuang, atau akan diolah untuk dipergunakan kembali. Pengolahan air limbah dengan tujuan untuk dipergunakan kembali, biasanya akan memerlukan biaya yang lebih besar dibandingkan apabila pengolahan air limbah hanya akan dibuang ke lingkungan.

Lingkungan atau badan air tempat pembuangan air limbah juga menentukan sampai seberapa jauh pengolahan air limbah harus dilaksanakan. Apabila badan air tempat pembuangan limbah dikategorikan badan air golongan B, maka air limbah harus memenuhi kriteria golongan I. air limbah yang memenuhi kriteria golongan II, III dan IV masing-masing (maksimum) hanya boleh dibuang pada badan air golongan C, D, dan E.

2.2. Total Nitrogen Dan Fosfat dalam Air Limbah domestik

2.2.1. Total Nitrogen

Analisa-analisa air limbah berurusan dengan lima kelompok nitrogen yang berbeda-beda, amoniak bebas, amoniak albuminoida, nitrogen organik, nitrit dan nitrat. Campuran nitrogen sangat menarik perhatian para insinyur kesehatan umum. Hubungan-hubungan yang timbul diantara berbagai bentuk campuran nitrogen dan perubahan-perubahan yang terjadi dalam alam pada umumnya digambarkan dengan diagram "siklus nitrogen" yang terkenal. Didalam air limbah kebanyakan dari nitrogen itu pada dasarnya terdapat dalam bentuk organik atau nitrogen protein dan amoniak. Nitrogen organik dapat dirubah menjadi nitrogen amoniak, dan dalam kondisi-kondisi aerobik, oksidasi dari amoniak menjadi nitrit dan nitrat terjadi sesuai waktunya. Penentuan-penentuan dari pada nitrogen dibuat untuk mengendalikan tingkat pemurnian yang tercapai dalam proses-proses pembenahan biologis, nitrifikasi yang menunjukkan tingkat keseimbangan selokan yang tinggi. (U.N. mahida, 1994)

Senyawa Nitrogen memberikan dampak penting didalam air. Pada konsentrasi tertentu dalam bentuk senyawa amonium, nitrogen merupakan unsur hara yang dibutuhkan beberapa tanaman perairan, tetapi pada konsentrasi berlebih, senyawa amonium akan meledakkan populasi enceng gondok.

Senyawa nitrogen dalam bentuk gas NH_3 jarang terdapat didalam air, walaupun terjadi akan berubah menjadi ion NH_4^+ . Dalam konsentrasi tertentu, senyawa ini akan membunuh ikan. Senyawa nitrogen lain yang berbahaya didalam air adalah gugus nitrit dan nitrat. Gugus ion NO_2^- sangat berbahaya karena dapat mengikat hemoglobin dalam darah menggantikan O_2 . sedangkan pengaruh buruk dari nitrogen ammoniak terhadap lingkungan dalam konsentrasi 50 ppm yang tanpa menggunakan proteksi

akan menyebabkan iritasi pada mata dan menyebabkan gangguan pada membran pernafasan (Mantell,1974).

2.2.2. Total Fosfat

Tingginya busa yang terdapat didalam pengolahan limbah tidak hanya timbul dari Surface Active Agent pada detergen. Bahan tambahan pada detergen mendukung adanya penyebab kerusakan lingkungan. Salah satunya adalah polifosfat. Fosfat pada deterjen dianggap sumber utama parameter fosfat dalam air.

Kehadiran fosfat dalam air limbah bentuknya adalah Orthofosfat (seperti HPO_4 , PO_4), Polyfosfat yaitu seperti $\text{Na}_2 \text{HPO}_4$ yang terdapat dalam detergen dan fosfat organic. Kandungan fosfat dalam air limbah dipakai dalam penentuan perancangan perlakuan limbah secara biologi dalam hubungannya dengan kebutuhan fosfat untuk mendukung pertumbuhan mikrobia.(Hammer,1977).

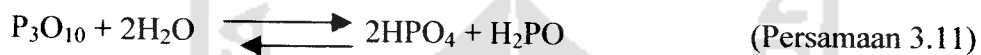
Fosfat terdapat dalam air dapat berbentuk OrthoFosfat, PoliFosfat dan Fosfat organis :

1. Orthofosfat adalah senyawa monomer seperti H_2PO_4 , HPO_4 dan PO_4 .
2. Polifosfat (juga disebut Condensed Phosphates) merupakan senyawa polimer seperti $(\text{PO}_3)_6$ (Heksametafosfat), P_3O_{10} (tripolifosfat).
3. Fosfat organis adalah fosfor yang terikat dengan senyawa-senyawa organis, sehingga tidak berada dalam larutan secara terlepas (Alaerts,1984).

Bila parameter Fosfat pada air sangat rendah ($<0,01 \text{ mg P/l}$), pertumbuhan tanaman dan alga akan terhalang. Keadaan ini dinamakan oligotrop. Bila kadar fosfat serta nutrient lainnya tinggi, pertumbuhan tanaman dan alga tidak terbatas lagi, sehingga tanaman tersebut dapat menghabiskan oksigen dalam perairan pada malam

hari atau bila tanaman tersebut mati dan dalam keadaan sedang dicerna (digest). Keadaan ini disebut keadaan eutrop (Alaerts,1984).

Bahan pembentuk utama didalam detergen adalah Natrium tripolifosfat ($\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_{10}$). Senyawa ini tidak merupakan masalah dalam dekomposisinya dilingkungan, sebab ion P_3O_{10} akan mengalami reaksi hidrolisis perlahan didalam lingkungan untuk memproduksi orthofosfat yang tidak beracun, dengan reaksi sebagai berikut :



Fosfat mempunyai keuntungan :

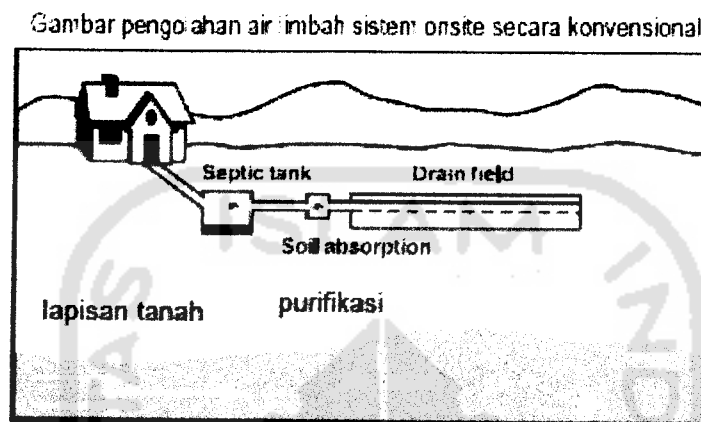
1. Fosfat tidak beracun terhadap hewan air dan tidak mengganggu kesehatan manusia.
2. Fosfat bersifat aman digunakan dalam berbagai pewarna serat dan kain.
3. Fosfat bersifat aman digunakan dalam mesin cuci, tidak bersifat korosif dan tidak mudah terbakar (Srikandi,1992)

2.3. Landasan Teori

2.3.1. *Subsurface Wastewater Infiltration Systems*

Subsurface Wastewater Infiltration Systems (SWIS) adalah Interface atau bidang pemisah antara komponen sistem yang direncanakan atau dibangun dan lingkungan air tanah sebagai penerima. Konsepnya adalah dengan melewati air limbah ke permukaan media peresapan melalui pipa distribusi sehingga air limbah dapat merembes dan tersaring secara merata. kemudian akan diteruskan ke tanah bagian dasar galian menuju air tanah. Ketika air limbah merembes pada media dan tanah, air limbah diolah dan diremoval melalui berbagai macam proses dan reaksi,

yaitu fisik, biologi dan kimia. SWIS sistem yang paling umum digunakan untuk pengolahan air limbah dilokasi (*On site wastewater treatment*) secara konvensional. Seperti pada gambar dibawah ini:



sumber: WEF, 2000

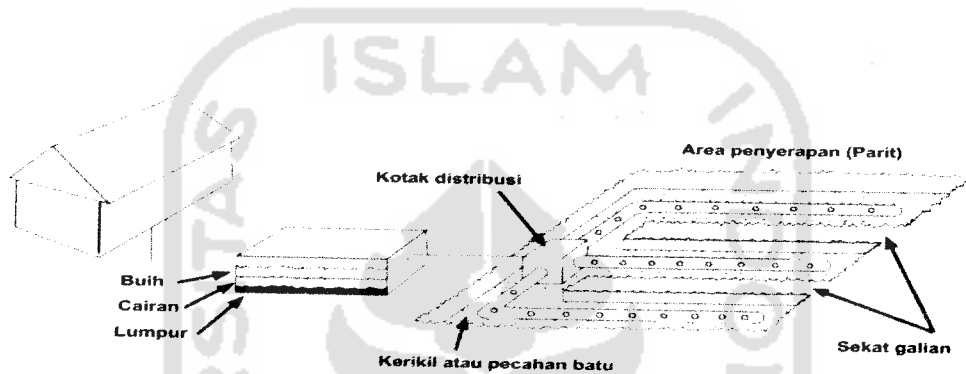
Gambar 2.1 Pengolahan Air Limbah Sistem Onsite secara Konvensional

Fungsi SWIS adalah menerima effluent septic tank yang belum diolah dan memurnikannya dengan Proses dan reaksi biologi, fisika dan kimia sebagai medianya yaitu melalui tanah tak jenuh menuju air tanah. Komponen penting dalam sistem infiltrasi adalah biomat. Yaitu lapisan bahan organik dan inorganik yang terbentuk pada lapisan bawah antara parit dan tanah sekeliling. Biomat mempertinggi efisien pengolahan karena biomat biasanya bergerak perlahan-lahan pada effluent, yang menyediakan keperluan flora dan fauna untuk membusukkan limbah secara biologi, dan mempertinggi removal fisik dan kimia bahan partikel yang sangat kecil dalam air limbah. Susunan tanah peresapan dan strukturnya diperlukan untuk mendukung proses ini.

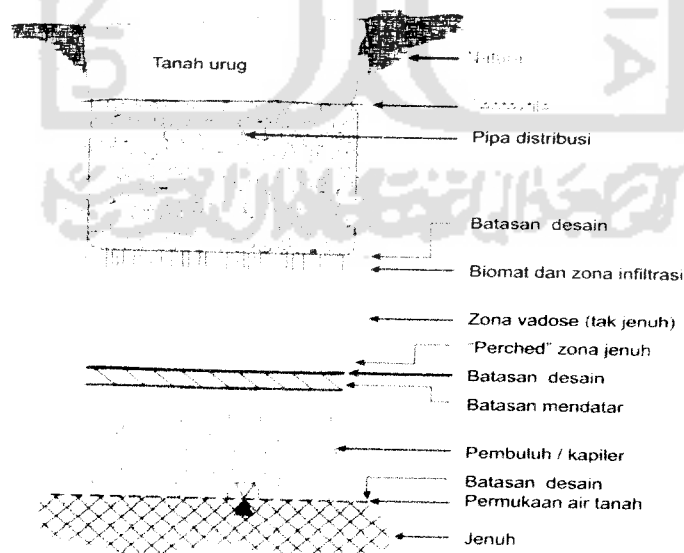
Permukaan infiltrasi ditempatkan pada media yang bisa meresap, tanah alami tidak jenuh atau material pengisi lain sehingga air limbah dapat diserap dan disaring

melalui tanah lapisan bawah menuju air tanah. Ketika air limbah diserap dan disaring melalui tanah dan media, Air limbah diolah melalui berbagai macam proses dan reaksi fisika, kimia dan biokimia.

Meskipun berbagai macam perbedaan desain dan bentuk digunakan, tapi semua gabungan permukaan tanah infiltrasi ditempatkan pada galian-galian yang dikubur. (seperti pada gambar dibawah ini)



Gambar 2.2 Subsurface Wastewater Infiltration Systems (SWIS) Konvensional



Gambar 2.3 Desain Subsurface Wastewater Infiltration Systems/batas performen

Permukaan infiltrasi utama terletak pada dasar galian, tetapi dinding-dinding samping juga bisa digunakan untuk infiltrasi. Pipa berlubang digunakan untuk menyalurkan air limbah diatas permukaan infiltrasi. Media berpori, khususnya kerikil atau pecahan batu, terletak dibagian bawah galian dan disekitar pipa distribusi untuk menopang pipa dan menyebarkan aliran dari pipa distribusi untuk melewati semua rongga galian. Selain komponen sistem yang menggunakan kerikil, bisa diganti dengan media lain. Media berpori mempertahankan struktur galian, dengan menggunakan limbah cair untuk menambah permukaan infiltrasi, dan memberi ruang penyimpan bagi limbah cair dalam fraksi-fraksi kosongnya (ruang interstitial, khususnya 30-40 persen dari volume) selama arus puncak dengan sistem gravitasi.

Saringan atau bahan lain yang sesuai misalnya seperti geotextile, yang bisa meresap diletakkan diatas media berpori sebelum galian diberi tanah urugan untuk mencegah masuknya bahan tanah urugan masuk ke media berpori. Tanah alami khususnya digunakan untuk pengurugan, dan permukaan urugan biasanya sedikit bergunduk dan ditanami dengan rerumputan.

SWIS memberi penyebaran dan pengolahan air limbah. Air limbah diangkut dari sistem infiltrasi melalui 3 zona. Dua dari tiga zona ini, adalah zona infiltrasi dan zona vadose, berlaku sebagai bioreaktor film-tetap.

Zona infiltrasi yang tebalnya hanya beberapa centimeter, adalah zona paling aktif secara biologis dan sering disebut sebagai “biomat”. Bahan karbon yang terkandung didalam limbah cair dengan cepat terdegradasi di zona ini dan nitrifikasi terjadi dengan cepat didalam zona ini jika ketersediaan oksigen cukup. Bentuk-bentuk oksigen bebas atau gabungan didalam tanah harus memenuhi kebutuhan oksigen yang diperlukan oleh mikroorganisme yang mendegradasi bahan ini. Jika ketersediaan

oksigen tidak mencukupi, maka proses metabolik mikroorganisme bisa berkurang atau terhenti dan pengolahan serta infiltrasi air limbah akan terpengaruh secara merugikan (Otis,1985).

Zona vadose (tak jenuh) memberi alternatif sangat penting bagi penyebaran oksigen untuk memberi udara kembali zona infiltrasi (Otis,1997,Siergrist et al,1986). Juga, sebagai zona dimana reaksi penyerapan paling banyak terjadi karena potensial kelembaban negatif didalam zona tak jenuh menyebabkan penyaringan air melalui aliran pori-pori halus tanah, mengakibatkan kontak yang lebih besar dengan permukaan tanah. Akhirnya, banyak fosfor dan patogen (pembawa penyakit) terremoval dizona ini (Robertson and Harman,1999; Robertson et al,1998; Rose et al,1999; Yates and Yates,1988).

Mekanisme removal bahan-bahan yang mengandung logam dan fosfat dapat dihilangkan melalui penyerapan, pertukaran ion, dan reaksi presipitasi atau endapan. Nitrogen dalam air limbah hampir sepenuhnya ternitrifikasi dengan menggunakan SWIS yang beroperasi dengan benar. Karena nitrat sangat mudah larut dan lingkungan yang mendukung denitrifikasi pada lapisan tanah sebelah bawah terbatas, maka sedikit penghilangan yang terjadi.

Sedangkan proses yang terjadi didalam reaktor adalah proses dengan pengolahan fisik dan biologi secara aerobik. Yaitu dengan terbentuknya lapisan biomat pada media secara aerob. Air limbah mengalir kepermukaan infiltrasi secara terputus-putus dengan pipa distribusi dan merembes kebawah menembus dasarnya ke drainase bawah.

Proses pengolahan fisik yang terjadi diantaranya penyaringan, pengendapan, adsorpsi pada permukaan media peresapan. Sedangkan proses lain yang terjadi adalah

Tabel 2.3 dibawah juga memberikan gambaran karakteristik *effluent septic tank* pada penelitian yang telah dilakukan sebelumnya dilain tempat dan lain waktu, pada tabel dibawah ini:

Tabel 2.3. karakteristik effluent septic tank domestik

Parameter	University of wis. (1978)	Harkin, et aL (1979)	Ronayne, et aL (1982)	Ayres associates (1993)	Ayres associates (1996)
No,tanks sampled location (no,samples)	7 Wisconsin (150)	33 Wisconsin (140-215)	8 Oregon (56)	8 Florida (36)	1 Florida (3)
BOD ₅ (mg/L)	138	132	217	141	179
COD (mg/L)	327	445	-	-	-
TSS (mg/L)	49	87	146	161	59
TKN(mgN/L)	45	82	57,1	39	66
TP (mgP/L)	13	21,8	-	11	17
Oil/grease(mg/L)	-	-	-	36	37
Fecal Coliforms(log#/L)	4,6	6,5	6,4	5,1-8,2	7,0

Sumber: Siegrist et aL.,1985

Selain itu disajikan pula tabel unsur-unsur pokok parameter yang berada pada air limbah dan konsentrasi yang mewakili pada effluent berbagai macam unit pengolahan yang telah dilakukan penelitiannya, kemudian dibandingkan persen (%) removal pada unit pengolahan oleh SWIS (*Subsurface wastewater infiltration system*). Seperti pada tabel dibawah ini :

Tabel 2.4 unsur pokok air limbah dan unsur pokok yang mewakili pada effluent berbagai macam unit pengolahan

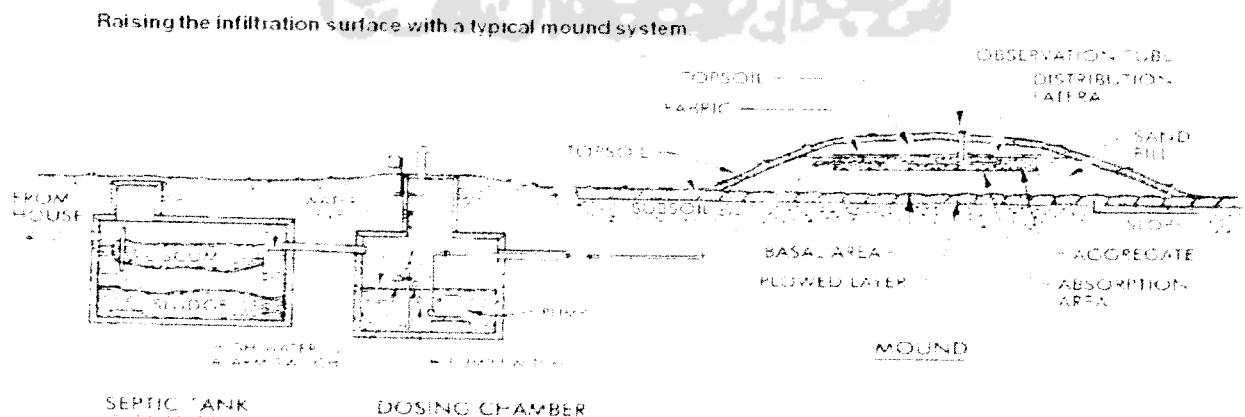
Unsur pokok yang termasuk	Contoh kadar langsung/tok langsung	Tank-based konsentrasi effluent unit pengolahan						Parit SWIS kedlm air tanah pada 3-5 ft (% removal)
		Effluent septic tank domestik	STE domestik dgn N-removal recycle	Effluent unit aerobic	Effluent sand filter	Effluent foam/textile filter		
Oxygen demand	BOD ₅ (mg/L)	140-200	80-120	5-50	2-15	5-15	>90%	
Particulate solids	TSS (mg/L)	50-100	50-80	5-100	5-20	5-10	>90%	
Nitrogen	Total N (mgN/L)	40-100	10-30	25-60	10-50	30-60	10-20%	
phosphorus	Total P (mgP/L)	5-15	5-15	4-10	1-<10 ⁴	5-15 ⁴	0-100%	
Bacteria (e.g.Clostridium perfringens,salmonella,shigella)	fecal coliform (organisms per 100 ml)	10 ⁶ -10 ⁸	10 ⁶ -10 ⁸	10 ³ -10 ⁴	10 ¹ -10 ³	10 ¹ -10 ³	>99,99%	
Virus (e.g.Hepatitis, polio, echo,coxsackie,coli phage)	Specific Virus (pfu/ml)	0-10 ⁵ (episodically present at high levels)	0-10 ⁵ (episodically present at high levels)	0-10 ⁵ (episodically present at high levels)	0-10 ⁵ (episodically present at high levels)	0-10 ⁵ (episodically present at high levels)	>99,9%	
Organic chemicals(e.g.solve nts,petroleumicals, pesticides)	Specific organics/totals (µg/L)	0 to trace levels (?)	0 to trace levels (?)	0 to trace levels (?)	0 to trace levels (?)	0 to trace levels (?)	>99%	
Heavy metals(e.g.Pb,Cu,A g,Hg)	Individual metals (µg/L)	0 to trace levels	0 to trace levels	0 to trace levels	0 to trace levels	0 to trace levels	>99%	

Sumber : Siegrist, 2001 (after Siegrist et al,2000)

2.3.2. Desain-desain *Subsurface Wastewater Infiltration Systems* (SWIS)

Ada beberapa desain berbeda untuk SWIS termasuk disini adalah parit-parit atau selokan, beds, lubang galian resapan, sistem at-grade (gradien) dan bukit buatan “*mound*”. Aplikasi SWIS memiliki perbedaan ukuran dan lokasinya pada muka tanah. Selokan atau parit-parit memiliki rasio panjang dengan lebar, sementara beds memiliki ukuran luas, empat persegi panjang atau persegi empat. Lubang galian peresapan yang dalam, galian melingkar yang panjangnya hampir sangat tergantung pada infiltrasi dinding samping. Lubang galian peresapan tidak lagi diizinkan dibanyak wilayah hukum karena kedalaman dan profil horizontalnya yang relatif kecil menciptakan sumber pencemar yang besar untuk air tanah dibanding ukuran lain. Oleh karenanya lubang galian resapan tidak direkomendasikan dalam pedoman ini.

Permukaan Infiltrasi bisa terjadi pada material isi yang dimasukkan atau pada tanah. Sebagian besar sistem tradisional dibangun diatas permukaan tanah atau bukit buatan “*MOUND*”. Perbedaannya hanya pada infiltrasi yang dibangun diatas tanah dan bahan isian, akan tetapi mekanisme-mekanisme pengolahan dan penyebarannya sama. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada gambar dibawah ini.



Gambar 2.4 Penyerapan Infiltrasi Tipe “MOUND” Sistem

Penempatan permukaan infiltrasi SWIS bisa dibawah, pada, atau diatas permukaan tanah yang ada (pada patit didalam tanah, pada gradien tanah, atau dinaikkan dengan system "Mound" .

Kedalaman permukaan infiltrasi merupakan pertimbangan penting dalam mempertahankan aerasi subsoil yang tepat. Kedalaman maksimum seharusnya tidak lebih dari 3 hingga 4 kaki atau sekitar 1-1,3 meter dibawah nilai akhir untuk dapat melakukan reaerasi tanah dan memenuhi kebutuhan oksigen pada limbah yang dipakai.

Perkiraan akurat desain aliran penting bagi ukuran permukaan infiltrasi, dan dapat memberikan taksiran untuk membuat desain. Yang perlu dicatat adalah aliran harian untuk memperkirakan arus puncak dan arus rata-rata (*flowrate*).

Rentang lebar parit biasanya 1 hingga 4 kaki atau sekitar 0,3-1,3 meter. Penghambatan permukaan infiltrasi dan hilangnya kapasitas infiltrasi akan lebih kecil ketika permukaan infiltrasi sempit. Hal ini terjadi karena reaerasi tanah dibawah permukaan infiltrasi yang sempit akan lebih cepat. Selokan yang lebih sempit akan lebih baik, namun kondisi tanah dan teknik konstruksi mungkin membatasi seberapa sempit selokan dapat dibuat.

Panjang parit sangat penting dimana pembebanan linear downslope sangat penting, dampak kualitas air tanah dapat menjadi masalah yang penting atau potensi *Mounding* air tanah bisa terjadi. Pada banyak tempat, panjang selokan dibatasi hingga 100 kaki atau sekitar 30 meter.

Tinggi dinding ditentukan oleh jenis media berpori yang digunakan dalam sistem. Dalamnya media diperlukan untuk melindungi pipa distribusi dan kebutuhan penyimpanan pada saat arus puncak.

Pola distribusi limbah dalam SWIS merupakan unsur desain yang penting. Distribusi yang sama akan membantu dalam mempertahankan arus tidak jenuh dibawah permukaan infiltrasi, yang menghasilkan waktu detensi limbah dalam tanah yang cukup panjang untuk dapat meningkatkan reaerasi dibawah permukaan tanah. Desain distribusi yang sama juga menghasilkan utilitas seluruhnya permukaan infiltrasi.

Pipa plastik berlubang dengan diameter 4 inchi atau sekitar 10 cm merupakan pipa distribusi yang biasanya digunakan untuk sistem aliran gravitasi. Pipa ini biasanya merupakan polivinil klorida kaku berdinding halus atau polietilen berkorugasi fleksibel atau akrolonitril-butadin-stirin (ABS). dua atau lebih baris lubang-lubang berjarak 12 inchi dipotong pada dinding pipa. Biasanya pipa ini diletakkan pada kerikil dengan lubang menghadap kebawah. Media yang berpori dan tahan lama dapat ditempatkan disepanjang pipa dan diatasnya hingga pada level diatas zona yang jenuh.(USEPA,2002)

Kriteria Desain SWIS :

- Permukaan infiltrasi diletakkan pada tempat yang dangkal (< 2 kaki atau 60cm dibawah grade akhir)
- Beban organik sebanding dengan effluent yang direkomendasikan beban rata-rata hidrolis
- Orientasi selokan sejajar dengan kontur permukaan
- Lebar parit / selokan (< 3 kaki atau 90 cm)
- Dosis diwaktukan dengan penyimpanan aliran puncak
- Aplikasi yang sama dari limbah cair berahir pada permkaan infiltrasi

- Banyaknya lubang-lubang kecil untuk memberikan sisa yang berkala, kapasitas yang tersedia dan ruang untuk perbaikan-perbaikan masa depan atau penggantian.

2.4. Hipotesa

Bahwa penggunaan reaktor SWIS dengan variasi pemasangan pipa distribusi pada *effluent septictank* dapat menurunkan konsentrasi kontaminan air buangan, oleh karena itu disusun dua hipotesa sebagai berikut :

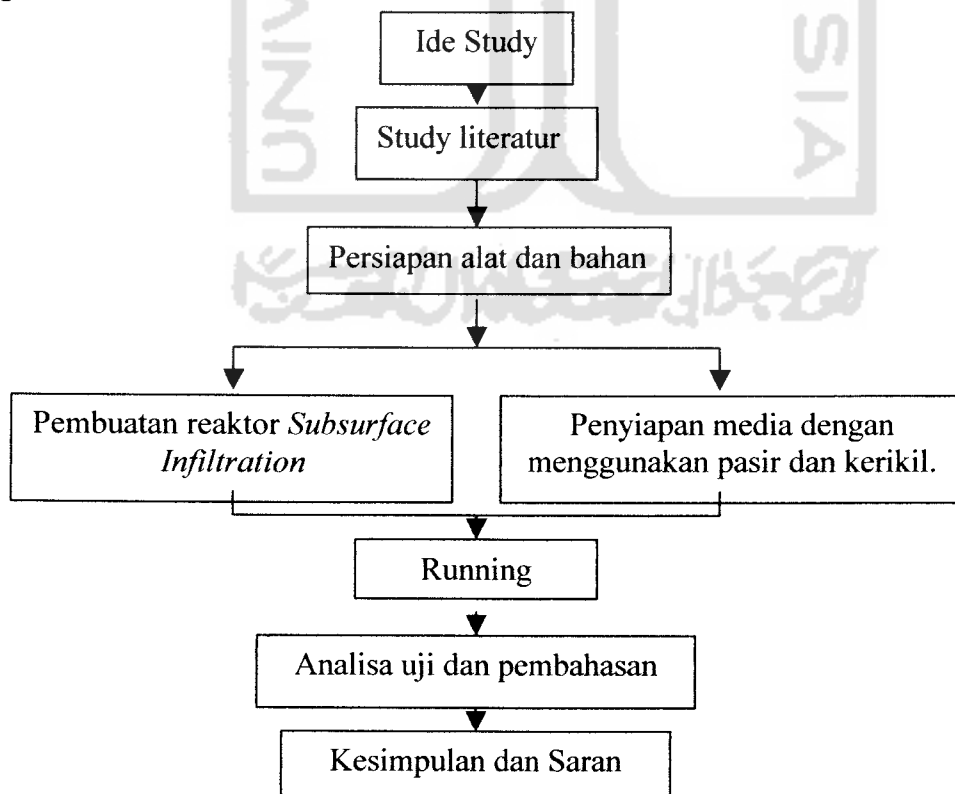
- a. Dapat menurunkan kandungan Total nitrogen dan Fosfat pada air limbah domestik.
- b. Pada penelitian didapatkan variasi pemasangan pipa distribusi yang paling efektif untuk menurunkan konsentrasi Total Nitrogen dan Total Fosfat pada air limbah domestik (*effluent septictank*) yaitu pada penggunaan pipa 1 dengan efisiensi penurunan 34,99 % untuk parameter Total Nitrogen dan 43,83 % untuk Total Fosfat.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Umum

Penurunan Total Nitrogen dan Fosfat dengan *Subsurface Infiltration* yaitu mengolah air dari tangki septik (*effluent*) yang masih mengandung kuman-kuman penyakit dan zat-zat organik, yang perlu diolah lebih lanjut dalam suatu bidang resapan berupa unit reaktor *SWIS* yang bermedia pasir & kerikil kemudian diukur seberapa besar parameter yang diteliti setelah melewati reaktor *SWIS*. Kemudian Melakukan uji penurunan Total Nitrogen dan Fosfat dengan variasi pemakaian pipa distribusi, yaitu dengan menggunakan 1 pipa, 2 pipa dan 3 pipa. Pada *Subsurface Infiltration*. Adapun Metodologi penelitian yang akan dilakukan adalah sebagai berikut :



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

3.2 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan adalah penelitian Laboratorium (*Labour Experiment*), yang dilakukan dengan percobaan dalam batasan waktu tertentu terhadap kandungan Total Nitrogen dan Fosfat dari sumber air limbah domestik (*effluent septictank*) dengan menggunakan *Subsurface wastewater Infiltration System* (SWIS) . Sebelum penelitian ini berjalan, semua media pasir dan kerikil serta reaktor harus dalam keadaan siap. Media pasir dan kerikil harus dicuci terlebih dahulu sampai bersih supaya terhindar dari debu-debu yang menempel pada media dapat hilang. Penelitian selanjutnya adalah pengujian awal kadar total nitrogen dan fosfat pada sampel dibagian inlet sebelum mengalami pengolahan. kemudian sampel dialirkan pada reaktor yang melalui media peresapan pasir dan kerikil. Setelah itu parameter total nitrogen dan fosfat diuji lagi pada bagian outlet. Hasil dari penelitian ini akan ditampilkan dalam bentuk tabel dan grafik.

3.3. Objek Penelitian

Sebagai objek penelitian ini adalah kandungan Total Nitrogen dan Fosfat dari sumber air limbah domestik khususnya yang berasal dari effluent tangki septik yang diambil dari Kampus Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta.

3.4. Lokasi Penelitian

- a. Lokasi pengambilan sampel air bertempat di kampus Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan, Universitas Islam Indonesia.

- b. Analisa sampel untuk Total Nitrogen dan Fosfat dilakukan di Balai Laboratorium Kesehatan Yogyakarta.

3.5. Parameter Penelitian dan Metode uji

Dalam penelitian ini parameter yang akan diperiksa yaitu Total Nitrogen dan Fosfat. Pada tabel dapat dilihat parameter penelitian dan metode uji setiap parameter.

Tabel 3.1. Metode Pengujian Sampel

Parameter	metode pengujian
Total Nitrogen	APHA, AWWA, Standard Methods 1995
Total Fosfat	APHA, AWWA, Standard Methods 1995

3.6 Variabel Penelitian

Variabel penelitian yang digunakan ada dua variabel, diantaranya:

1. Variabel bebas (*Independent Variable*)

- Menggunakan 3 macam variasi pemasangan pipa distribusi, yaitu dengan menggunakan 1 buah pipa, 2 buah pipa dan 3 buah pipa distribusi.
- Tinggi / ketebalan media yang digunakan yaitu:
 - Kerikil dengan ketinggian : 13 cm
 - Pasir dengan ketinggian : 10 cm
- Diameter media:
 - Kerikil : 2 - 6.3 cm
 - Pasir : Berukuran bebas

2. Variabel terikat (*Dependent Variable*)

Parameter yang diteliti adalah Total Nitrogen dan Fosfat pada effluent tangki septik.

3.7. Bahan dan alat penelitian

3.7.1. Penyediaan media pasir dan kerikil

Pada penelitian ini, media yang digunakan adalah pasir dan kerikil. Sebelum media dimasukkan kedalam reaktor, perlu dilakukan pencucian terlebih dahulu agar pasir dan kerikil pada saat akan digunakan dalam keadaan bersih dan terbebas dari debu-debu yang menempel dimedia pasir dan kerikil dapat hilang.

3.7.2. Alat penelitian

Rangkaian alat yang digunakan untuk penelitian adalah sebagai berikut :

1. Tiga buah prototype berbentuk *rectangular* dari bahan kaca. Berukuran P x L x T = 60 cm x 30 cm x 25 cm. Pipa distribusi dipasang langsung diatas media pasir (media teratas) dan dengan cara dilubangi disepanjang pipa agar sampel dapat tersebar merata di area peresapan yang berupa pasir dan kerikil.

Dibuat 3 buah prototype karena variasi penggunaan pipa distribusi yang berbeda-beda. Prototype pertama dengan menggunakan 1 buah pipa distribusi, prototype kedua dengan menggunakan 2 buah pipa distribusi dan prototype ketiga dengan menggunakan 3 buah pipa distribusi. Reaktor merupakan elemen penting dalam melaksanakan penelitian ini. Adapun dimensi dari reaktor direncanakan sendiri, disesuaikan dengan tinggi total media.

Direncanakan :

Panjang : 60 cm

Lebar : 30 cm

Tinggi : 25 cm

Tinggi media total : 23 cm

- kerikil : 13 cm

- pasir : 10 cm

Panjang pipa : 58 cm

Diameter pipa : 1/2 inci : 1,27 cm

Diameter lubang pada pipa : 0,5 cm

Jarak antar lubang pada pipa : 1,5 cm

Td : 2 jam

2. Tiga buah ember plastik tempat menampung air limbah dengan volume 20 liter. Agar pengaliran air limbah ke area peresapan dapat berjalan dengan konstan maka pada alat ini dilengkapi dengan kran putar.
3. Tiga buah ember plastik tempat menampung air limbah setelah melewati area peresapan *SWIS*.
4. Alat untuk pengujian Total Nitrogen (TKN)
 - a. Spektrofotometri dengan panjang gelombang 420 nm.
 - b. Alat penyuling yang terbuat dari gelas borosilat dengan kapasitas labu 500 ml dan dilengkapi dengan alat pengatur suhu.
 - c. Labu Kjeldahl 500 ml
 - d. Labu ukur 500 dan 1000 ml
 - e. Gelas ukur 100 ml

- f. pipet ukur 10 ml
 - g. Labu Erlenmeyer 100 dan 250 ml
 - h. Gelas piala 100 ml
5. Alat untuk pengujian Total Fosfat (Total P)
- a. Spektrofotometri dengan panjang gelombang 660 nm
 - b. Pemanas listrik dengan kapasitas pemanasan 300°C dan dilengkapi pengatur suhu.
 - c. Labu ukur 100 dan 1000 ml
 - d. Gelas piala 100 ml
 - e. pipet ukur 10 ml
 - f. pipet seukuran 1,5,10 dan 25 ml
 - g. Labu mikro kjeldahl 250 ml

3.8. Pelaksanaan penelitian

Pelaksanaan penelitian ini meliputi persiapan media, persiapan alat dan tahap pelaksanaan percobaan, yaitu sebagai berikut :

3.8.1. Persiapan media

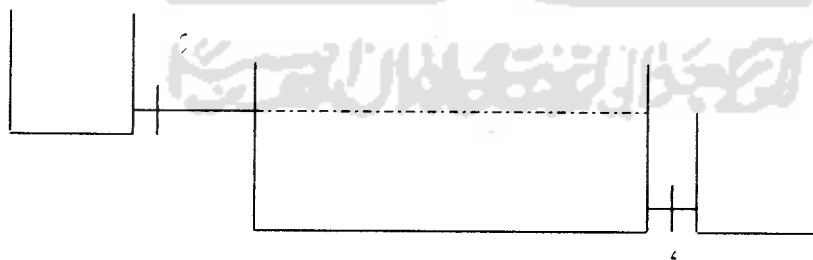
Seluruh media pasir dan kerikil disiapkan dan dicuci terlebih dahulu sebelum digunakan agar terhindar dari debu dan kotoran yang menempel pada media.

3.8.4. Proses Sampling

Dalam proses ini dilakukan pemeriksaan awal untuk parameter total Nitrogen dan Fosfat. Kemudian selama 1 minggu setiap 1 kali sehari dilakukan sampling dan pemeriksaan Total Nitrogen dan Fosfat.

3.8.5. Prosedur Penelitian

- Air limbah domestik (*effluent septictank*) yang berasal dari tangki septik Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan, Universitas Islam Indonesia Jogjakarta dimasukkan ke bak penampung (inlet) yang berupa ember plastik.
- Memeriksa kadar awal Total Nitrogen dan Fosfat yang terkandung dalam air limbah yang akan dialirkan.
- Mengalirkan air limbah kedalam reaktor dengan pipa distribusi yaitu dengan debit sebesar 20 l/jam selama 1 minggu berturut-turut.
- Mengambil sampel air untuk diperiksa kadar dari parameter Total Nitrogen dan Fosfat yaitu pada outlet reaktor.



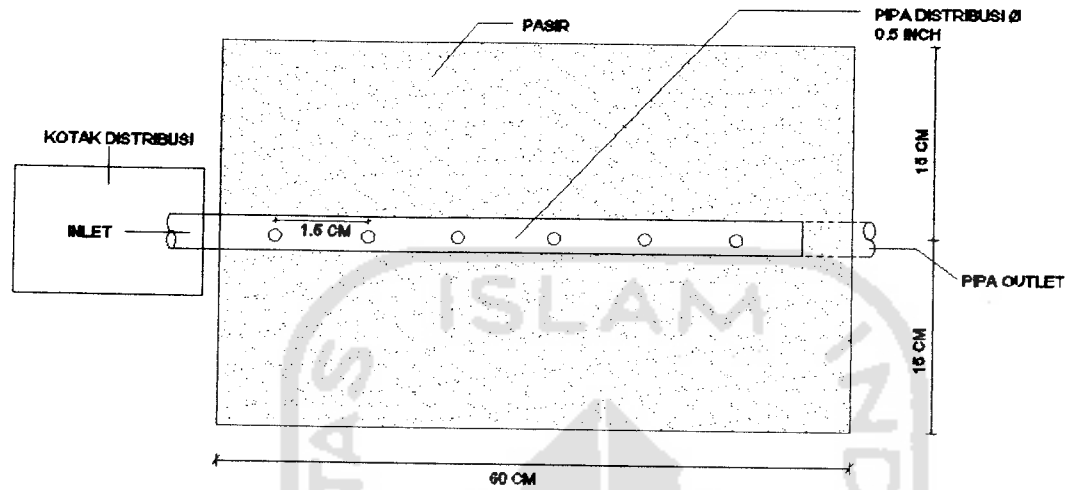
Gambar 3.2.Reaktor Penelitian

Keterangan :

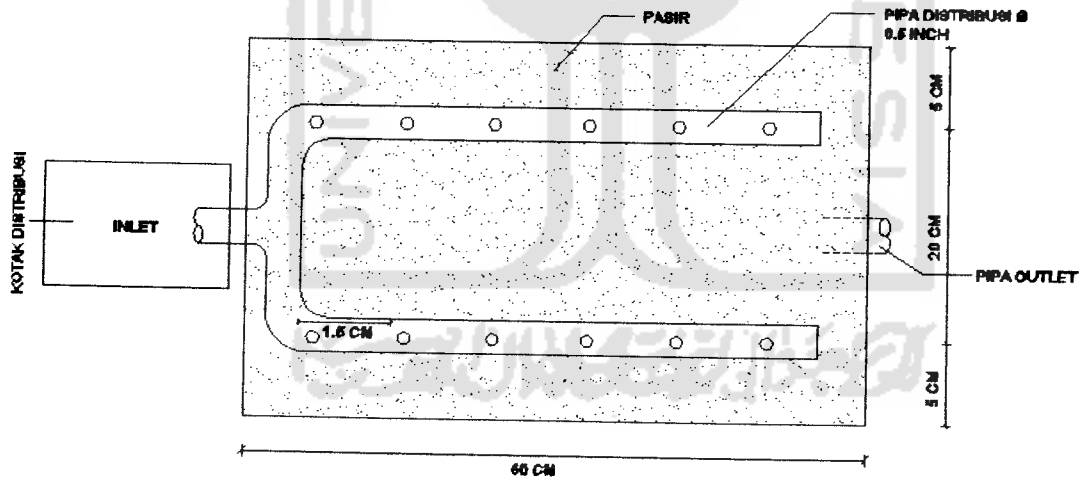
1. Bak penampung/inlet (titik sampling 1)
2. Kran pengatur debit
3. Pipa distribusi

3.10 Konstruksi SWIS

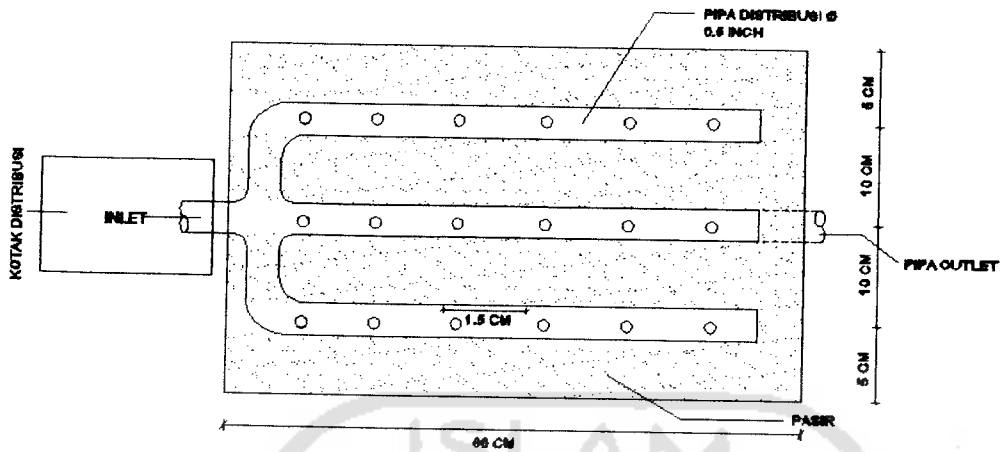
Konstruksi dilihat pada gambar dibawah ini :



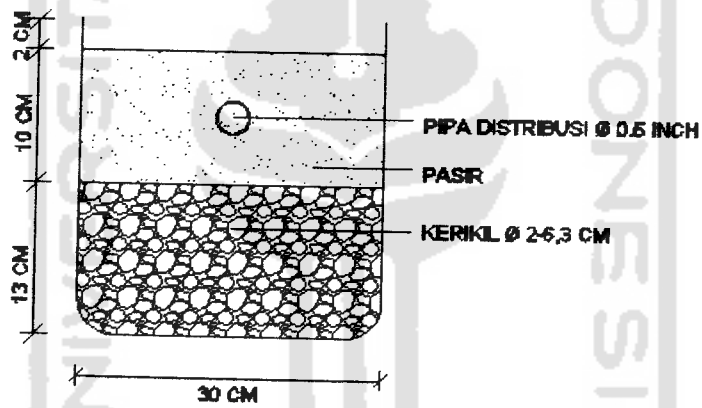
Gambar 3.3. Konstruksi tampak atas dengan 1 pipa distribusi



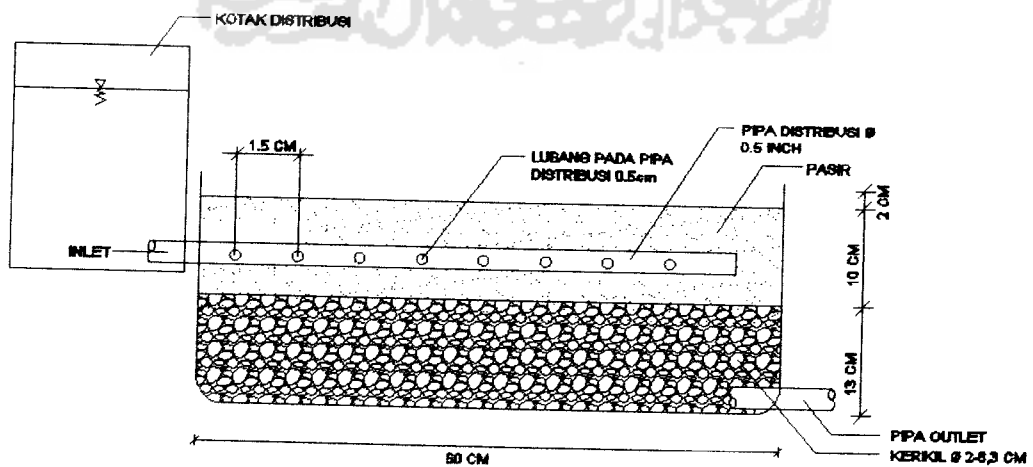
Gambar 3.4. Konstruksi tampak atas dengan 2 pipa distribusi



Gambar 3.5. Konstruksi tampak atas dengan 3 pipa distribusi



Gambar 3.6. Konstruksi tampak melintang



Gambar 3.7. Konstruksi tampak membujur

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil Penelitian

4.1.1. Total nitrogen (TKN)

Dalam penelitian ini, pengukuran Total Nitrogen (TKN) dilakukan setiap hari selama 7 hari secara berturut-turut. Adapun hasil pengujian seperti Pada Tabel 4.1. dibawah menunjukkan perolehan data dan efisiensi dari hasil pengukuran konsentrasi total Nitrogen selama penelitian.

Tabel 4.1. Hasil Pengukuran Total Nitrogen.

hari ke	Reaktor 1			Reaktor 2			Reaktor 3		
	Inlet (mg/L)	outlet (mg/L)	efisiensi (%)	Inlet (mg/L)	outlet (mg/L)	efisiensi (%)	Inlet (mg/L)	outlet (mg/L)	efisiensi (%)
1	11.23	7.3	34,99	9.98	6.88	31,06	10.32	7.43	28,00
2	8.51	5.11	39,95	7.78	5.06	34,96	8.64	5.98	30,78
3	9.73	6.81	30,01	10.65	7.89	25,91	10.13	8.31	17,96
4	9.32	6.71	28,00	8.56	6.51	23,94	8.81	7.4	16,00
5	7.67	5.52	28,03	9.87	7.61	22,89	8.67	7.28	16,03
6	9.68	7.76	19,83	10.08	8.37	16,96	9.74	8.57	12,01
7	8.84	7.25	17,98	8.92	7.67	14,01	9.1	7.93	12,85

4.1.2. Total Fosfat (Total P)

Dalam penelitian ini, pengukuran Total Fosfat (Total P) dilakukan setiap hari selama 7 hari secara berturut-turut . Adapun hasil pengujian seperti Pada tabel 4.2. dibawah menunjukkan perolehan data dan efisiensi dari hasil pengukuran konsentrasi Total Fosfat selama penelitian.

Tabel 4.2. hasil pengukuran Total Fosfat

hari ke	Reaktor 1			Reaktor 2			Reaktor 3		
	Inlet (mg/L)	outlet (mg/L)	efisiensi (%)	Inlet (mg/L)	outlet (mg/L)	efisiensi (%)	Inlet (mg/L)	outlet (mg/L)	efisiensi (%)
1	3.324	1.867	43,83	4.012	2.568	35,99	4.199	2.939	30,00
2	4.102	2.42	41,00	3.677	2.573	30,02	3.536	2.652	25,00
3	3.953	2.688	32,00	3.289	2.433	26,02	3.802	3.117	18,01
4	2.896	2.027	30,00	3.211	2.344	27,00	3.303	2.675	19,01
5	3.108	2.362	24,00	3.763	3.048	19,00	3.109	2.705	12,99
6	2.987	2.27	24,00	3.104	2.514	19,00	3.256	2.768	14,98
7	3.874	2.789	28,00	4.011	3.088	23,01	3.543	2.941	16,99

4.2. Analisa Data

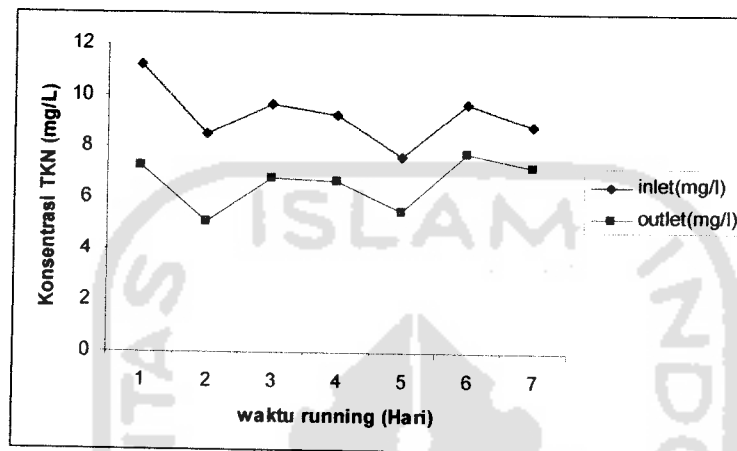
Data-data dari hasil penelitian dianalisa dengan menggunakan Uji Anova Satu Jalur dan Grafik.

4.2.1. Analisa Total Nitrogen (TKN)

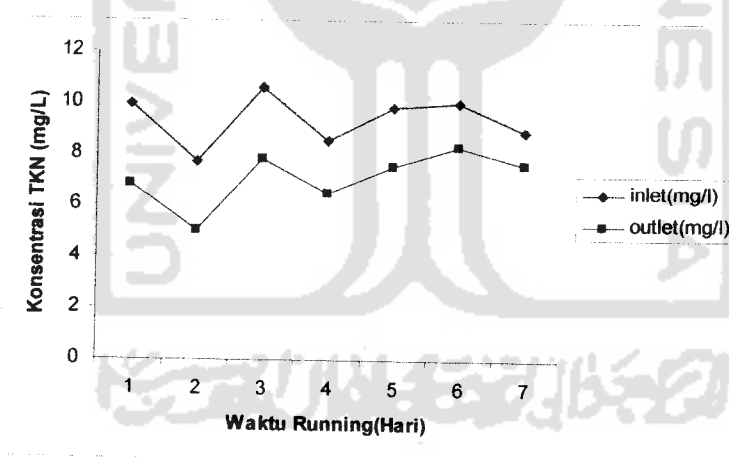
Analisa Total Nitrogen digunakan Uji Anova Satu Jalur yang bertujuan untuk menguji apakah ada perbedaan yang signifikan atau tidak terhadap konsentrasi Total

Nitrogen pada bagian inlet dan outlet pada reaktor 1, inlet dan outlet reaktor 2, juga inlet dan outlet reaktor 3.

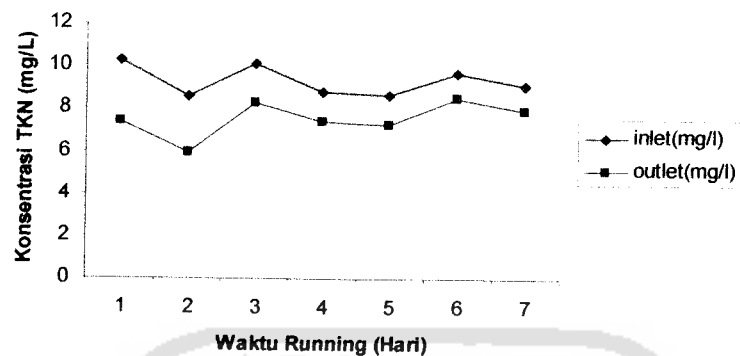
Dibawah ini adalah Grafik-grafik untuk konsentrasi Total Nitrogen



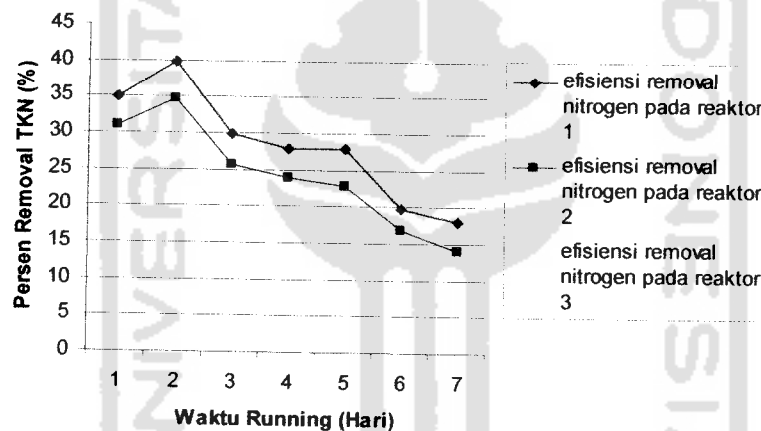
Gambar 4.1 Konsentrasi Total Nitrogen pada reaktor 1



Gambar 4.2 Konsentrasi Total Nitrogen pada reaktor 2



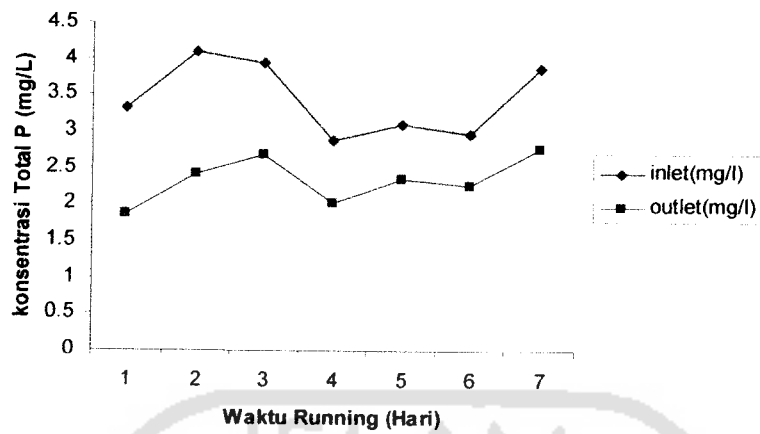
Gambar 4.3 Konsentrasi Total Nitrogen pada reaktor 3



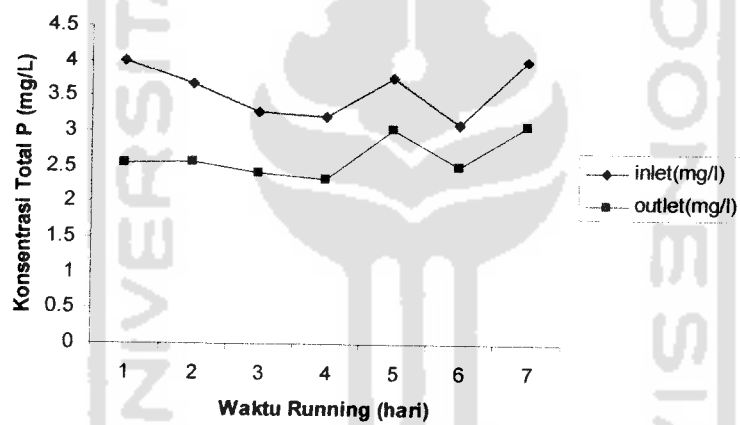
Gambar 4.4 Efisiensi removal Total Nitrogen pada variasi reaktor 1,2 dan 3

4.2.2. Analisa Total Fosfat

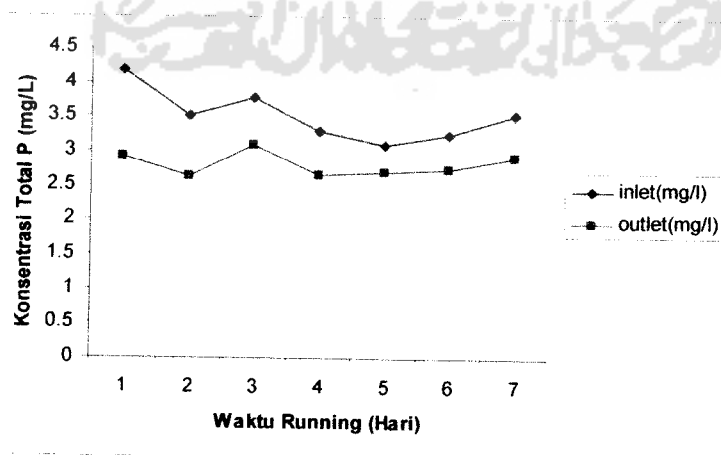
Analisa Total Fosfat digunakan Uji Anova Satu Jalur yang bertujuan untuk menguji apakah ada perbedaan yang signifikan atau tidak terhadap konsentrasi Total Fosfat pada bagian inlet dan outlet pada reaktor 1, inlet dan outlet reaktor 2, juga inlet dan outlet reaktor 3.



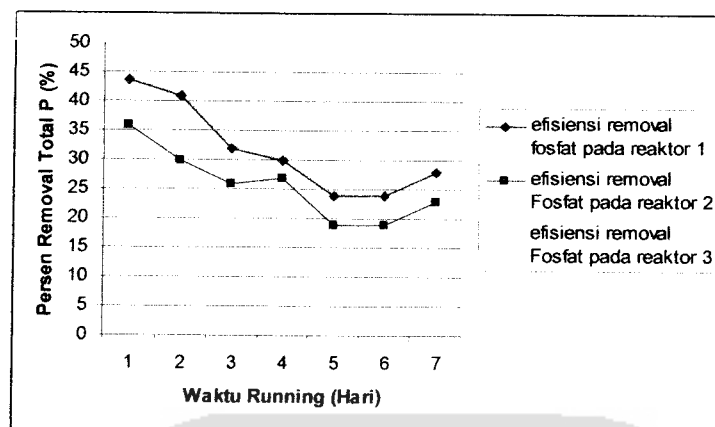
Gambar 4.5 Konsentrasi Total Fosfat pada reaktor 1



Gambar 4.6 Konsentrasi Total Fosfat pada reaktor 2



Gambar 4.7 Konsentrasi Total Fosfat pada reaktor 3



Gambar 4.8 Efisiensi removal Total Fosfat pada variasi reaktor 1,2 dan 3

4.3. Pembahasan

Dari penelitian yang dilakukan dengan menggunakan sampel air limbah yang diambil dari effluent septictank kampus FTSP UII Yogyakarta, dapat diketahui variasi penggunaan pipa yang paling baik untuk pengolahan sebelum air masuk ke badan air penerima yaitu air tanah. Dengan melihat grafik 4.1 sampai 4.10 terlihat bahwa konsentrasi total Nitrogen (TKN) dan Total Fosfat dalam effluent septictank akan semakin mengalami penurunan setelah melewati SWIS . Hal ini disebabkan partikel yang terkandung dalam air limbah effluent septictank tersaring terutama partikel yang berukuran lebih besar dari pori kerikil dan pasir, sedangkan partikel yang berukuran sama atau mendekati pori akan mengendap atau menempel disela-sela pori kerikil dan pasir. Dengan adanya benturan antar partikel air permukaan dengan kerikil dan pasir juga akan mengendapkan partikel-partikel yang akhirnya tertahan pada permukaan kerikil dan pasir.

Menurut Metcalf & Eddy (1991) proses filtrasi pada saringan kerikil terdiri dari beberapa mekanisme yaitu proses *Screening* (penyaringan), *Sedimentation* (Pengendapan), *Impaction* (benturan), *interception* (penahanan), *adhesion* (pelekatan),

chemical and physical adsorption, flokulation, dan biological growth. Sedangkan pada saringan pasir menurut Razif (1985) proses yang akan terjadi adalah :

1. *Mechanical Straining*, yaitu proses penyaringan partikel *Suspended matter* yang terlalu besar untuk bisa lolos melalui lubang antara butirab pasir, yang berlangsung diseluruh permukaan saringan pasir dan sama sekali tidak bergantung pada kecepatan penyaringan.
2. *Sedimentasi*, akan mengendapkan partikel *suspended matter* yang lebih halus ukurannya dari lubang pori pada permukaan butiran. Proses pengendapan terjadi pada seluruh permukaan pasir.
3. *Adsorption* adalah proses yang paling penting dalam proses filtrasi. Proses adsorpsi terjadi akibat tumbukan antara partikel-partikel tersuspensi dengan butiran media saringan dan dengan bahan pelapis seperti gelatin yang pekat yang terbentuk pada butiran media oleh endapan bakteri dan partikel koloid. Proses ini yang lebih penting terjadi sebagai hasil daya tarik menarik elektrostatis, yaitu antara partikel-partikel yang mempunyai muatan listrik yang berlawanan.
4. Aktivitas kimia, beberapa reaksi kimia akan terjadi dengan adanya oksigen maupun bikarbonat.
5. Aktivitas biologis yang disebabkan oleh mikroorganisme yang hidup dalam filter.

Dalam SWIS ini terjadi proses dengan pengolahan fisik dan biologi secara aerobik yaitu (contoh nitrifikasi). diantaranya infiltrasi, penyaringan (absorpsi), pengendapan, perkolasi, adsorpsi kimia pada permukaan media peresapan, pertukaran ion dan oksidasi biokimia dari bahan organik yang dikerjakan oleh bakteri aerobik



Proses pengolahan fisik yang terjadi diantaranya penyaringan, pengendapan, adsorpsi pada permukaan media peresapan. Sedangkan proses lain yang terjadi adalah adsorpsi kimia yang terjadi pada media, tetapi Zona adsorpsi pada media terbatas oleh karakteristik media itu sendiri. Removal Fosfat dengan adsorpsi ini terbatas oleh jumlah zona adsorpsi yang tersedia. Konsentrasi Aluminium tinggi, besi dan kalsium dapat digunakan untuk menambah keefektifitasan media dalam meremoval fosfat. Kapasitas media untuk menyimpan unsur tergantung pada unsur pokok sasaran, pH dan mineralogi media.

Pada proses biologis terjadi Suatu lapisan film biologi yang akan terbentuk pada media filtrasi dan pada bahan-bahan padat yang halus, koloidal serta bahan padat organik terlarut dari air limbah yang bersangkutan akan terkumpul pada lapisan film ini dan oksidasi biokimia dari bahan organik dikerjakan oleh bakteri aerobik. (Linsley, Franzini dan Sasongko, 1986). Ketika air limbah tersaring melalui daerah aktif ini, BOD dan Nitrogen-amonium teremoval. Dengan Td yang cukup untuk mikroorganisme menyerap dan bereaksi dengan kandungan limbah dengan penipisan karbon BOD pada penyerapan air limbah, mikroorganisme penitrifikasi dapat tumbuh subur pada permukaan daerah aktif, dimana nitrifikasi akan siap terjadi.

Akan tetapi karena pertumbuhan mikroorganisme didalam reaktor belum 100% tumbuh sehingga efisiensi penurunan parameter Total Nitrogen dan Fosfat didalam reaktor hanya dibawah 50 % saja. Dan sebagian besar pengolahan yang terjadi didalam reaktor adalah pengolahan Fisik untuk menurunkan konsentrasi total Nitrogen dan Fosfat. Yaitu proses pengolahan fisik dengan Adsorpsi, reaksi presipitasi kimiawi, volatilisasi, dan mineralisasi.

Proses Adsorpsi terjadi akibat tumbukan antara partikel-partikel tersuspensi dengan butiran media saringan dan dengan bahan pelapis seperti gelatin yang pekat yang terbentuk pada butiran media oleh endapan bakteri dan partikel koloid. Proses ini lebih penting terjadi sebagai hasil daya tarik menarik elektrostatis antara partikel-partikel yang mempunyai muatan listrik yang berlawanan.

Reaksi presipitasi kimiawi menambah tingkat penyisihan Fosfat karena fosfat menjadi terikat dengan presipitan dan menjadi tidak larut, sementara fosfat yang masih terlarut akan diadsorpsi dipermukaan partikel tanah melalui proses ikatan kimia atau pertukaran ion. Mekanisme meningkatnya penyisihan fosfat akibat penambahan aluminium, besi dan kalsium yang terkandung dalam media adalah proses presipitasi. Contoh reaksi fosfat dengan penambahan aluminium oleh media :



Tetapi proses pengendapannya tergantung pada mineralogi, kandungan organik, pH, potensial oksidasi-Reduksi, kapasitas pertukaran ion pada media yang digunakan.

Proses volatilisasi adalah perubahan amonium dengan kondisi pH yang tinggi ke bentuk gas ammonia. Dan mineralisasi adalah proses transformasi bahan organik menjadi bahan an-organik yang prosesnya adalah pelepasan ion amonium.

Pada penelitian ini tidak dilakukan proses seeding atau pertumbuhan mikroorganisme pada media terlebih dahulu. Dikarenakan pada penelitian ini diasumsikan bahwa struktur SWIS di lapangan dapat langsung dialiri air limbah dan mikroorganisme akan tumbuh dengan sendirinya sampai sekitar 2 minggu atau lebih barulah SWIS dapat benar-benar efektif (USEPA, 2002).

Hasil analisa yang tersaji pada grafik efisiensi % removal menunjukkan bahwa dalam 2 hari pertama pada masing-masing reaktor, terjadi efisiensi penurunan konsentrasi Total Nitrogen terbesar. Dan pada hari 1 terjadi penurunan Total Fosfat yang terbesar. Setelah itu grafik terus menunjukkan penurunan dalam meremoval kandungan Total Nitrogen dan Total Fosfat. Hal ini mengindikasikan bahwa media pasir dan kerikil yang terdapat dalam reaktor berada dalam kondisi jenuh sehingga perlu adanya pencucian media kembali. Seperti halnya yang dikemukakan oleh Brault & monod (1991) bahwa penurunan kemampuan gravel untuk menyaring disebabkan adanya proses penghalang secara bertahap dari celah media filter.

Nitrogen pada air limbah mentah terutama berbentuk zat organik dan ammonia. Setelah pengolahan oleh septiktank, nitrogen yang paling utama (lebih dari 85%) adalah ammonia. Setelah melalui septik tank, air limbah disalurkan ke media peresapan, bakteri aerobik pada biomat yang menempel pada media mengubah ammonia hampir keseluruhan ke nitrit dan kemudian ke nitrat. Nitrogen pada bentuk nitrat adalah polutan yang penting pada air tanah bila melebihi ambang batas dapat menyebabkan syndrom baby blue pada kesehatan manusia dan alga bloom pada perairan. Reduksi konsentrasi nitrat pada air tanah terjadi terutama melalui penyebaran (dispersi) oleh presipitasi (shaw dan Turyk, 1994).

Nitrogen dapat melalui beberapa transformasi pada dan dibawah SWIS yaitu Adsorpsi, volatilization, mineralisasi, nitrifikasi dan denitrifikasi. Nitrifikasi yaitu penukaran nitrogen ammonium ke nitrit dan kemudian ke nitrat oleh bakteri pada kondisi aerobik, adalah transformasi utama yang terjadi dengan segera pada zona infiltrasi. Denitrifikasi terjadi pada kondisi anaerobik dimana tersedia elektron seperti karbon dan sulfur. Denitrifikasi biologi yang mengubah nitrat ke bentuk gas nitrogen,

dapat meremoval nitrat dari penyaringan air limbah tetapi tergantung dari tekstur tanah / media dan kandungan organik. Tingkat removal total nitrogen sulit untuk diprediksi pada susunan media. Pada umumnya konsentrasi nitrat pada effluent SWIS dapat dan sering melebihi 10 mg/L standar air minum USEPA (USEPA,2002).

Fosfat dan logam dapat diremoval melalui adsorpsi, ion exchange, reaksi presipitasi (pengendapan), tetapi kapasitas media untuk menyimpan ion-ion terbatas dan berbeda-beda tergantung pada mineralogi media, kandungan organik, pH, potensial reduksi-oksidasi, kapasitas pertukaran kation (USEPA, 2002).

Jumlah fosfat yang dilepaskan ke air tanah dari effluent SWIS tergantung beberapa hal yaitu, karakteristik media, ketebalan media penyerapan, pemakaian loading rate, usia sistem dan karakteristik air limbah dari effluent septiktank (Bouma dkk, 1972).

Nasib dan transport fosfat dikontrol oleh sorption dan reaksi pengendapan. Selain itu juga karakteristik media yang bertekstur halus seperti tanah secara teori memberikan tempat serapan yang lebih untuk fosfat. Mineral besi, aluminium dan kalsium pada media memberikan reaksi pengendapan fosfat terjadi, proses yang dapat menimbulkan tambahan pada penyimpanan fosfat.

4.3.1 Total Nitrogen (TKN)

Pada analisa data, rata-rata dari pengambilan sampel untuk total Nitrogen menunjukkan adanya penurunan konsentrasi Total Nitrogen pada masing-masing sampel pada reaktor dengan jumlah pemakaian pipa yang bervariasi.

Dari gambar grafik menunjukkan variasi penurunan Total Nitrogen berdasarkan tingkat konsentrasi air limbah dalam reaktor berbeda-beda, berdasarkan variasi

pemakaian pipa dan waktu detensi (T_d) 2 jam. Pada hari ke 2 Yaitu pada reaktor 1 dengan menggunakan variasi 1 pipa distribusi terjadi penurunan sebesar 39,95% dengan konsentrasi awal (C_o) 8,51 mg/L menjadi 5,11 mg/L. Untuk reaktor 2 dengan menggunakan variasi 2 pipa distribusi terjadi penurunan sebesar 34,96% dengan konsentrasi awal (C_o) 7,78 mg/L menjadi 5,06 mg/L. Sedangkan pada reaktor 3 dengan variasi 3 pipa distribusi terjadi penurunan sebesar 30,78% dengan konsentrasi awal (C_o) 8,64 mg/L menjadi 5,98 mg/L.

Proses penurunan Total Nitrogen pada penelitian ini terjadi karena adanya peranan media pasir, media kerikil, serta mikroorganismenya dalam reaktor. Proses-proses yang terjadi akibat dari adanya media pasir dalam *SWIS* adalah proses-proses fisik antara lain proses adsorpsi dan penyaringan dan sebagai media pertumbuhan mikroorganismenya. Sedangkan peranan media kerikil adalah adsorpsi kimia dan fisik, penyaringan dan biological growth. Peranan mikroorganismenya dalam *SWIS* ini yaitu untuk menguraikan partikel-partikel organik dalam air limbah effluent septiktank sebagai bahan nutrien untuk pertumbuhannya, untuk proses nitrifikasi dan denitrifikasi.

Pada *SWIS* ini air limbah mengalir melewati partikel-partikel media peresapan dengan waktu detensi yang cukup. Luas area peresapan dan jarak pemisahan antara pipa distribusi yang cukup, akan memberikan kapasitas media peresapan yang cukup pula untuk menerima beban hidrolis. juga jarak pemisahan yang cukup antara permukaan peresapan dengan daerah yang telah jenuh lain atau batasan horizontal hidrolis harus diperhatikan untuk mencapai removal polutan yang diinginkan, sehingga dapat menahan kondisi aerobik di media peresapan dan memberikan gradien sebarang hidrolis secukupnya pada zona peresapan.

Penurunan terbesar antara reaktor 1,2,dan 3 terjadi pada reaktor 1 dihari ke 2 yaitu sebesar 39,95%. Seharusnya penurunan terbesar terjadi pada reaktor 3 yang menggunakan variasi pipa distribusi paling banyak yaitu 3 buah pipa,dibandingkan dengan reaktor lainnya karena dengan pertimbangan semakin banyak menggunakan pipa distribusi maka akan semakin besar atau luas titik penyebaran penyaringan yang dijangkau oleh air limbah ke media penyaring, sehingga seharusnya efisiensi penurunan konsentrasi Total Nitrogen juga menjadi lebih besar. Akan tetapi penurunan terbesar justru terjadi pada reaktor 1 dengan 1 buah pipa distribusi.

Pada reaktor 1 dengan 1 pipa distribusi, air limbah yang masuk tidak melebihi kapasitas dari luas area peresapan yang ada. Sehingga media dapat menyaring lebih optimal dan pori-pori media belum tertutup oleh aliran air limbah yang masuk berlebihan karena hanya menggunakan 1 pipa distribusi. Sehingga efisiensi penurunannya lebih efektif dibandingkan reaktor lainnya. Selain itu potensial kelembaban media masih rendah sehingga penyaringan air limbah melalui pori-pori media akan terjadi dan kontak media dengan air limbah menjadi lebih lama.

Sedangkan pada reaktor 3 dengan 3 buah pipa distribusi tidak ada jarak pemisahan yang cukup atau jarak antara pipa 1 dengan yang lain terlalu dekat. Padahal jarak minimum yang sebagian besar telah digunakan adalah 18 inchi (40 cm). Hal ini diungkapkan pula oleh Ayres Associates (1993) bahwa sebagian besar kode sistem pengolahan air limbah secara onsite, memerlukan jarak pemisahan minimum 18 inchi (40 cm) dari daerah jenuh yang lain. Biasanya, 2-4 kaki (60-120 cm) jarak pemisahan, membuktikan cukup baik pada sebagian besar removal fecal coliform pada effluen septictank.

Jarak yang terlalu dekat antar pipa distribusi akan menyebabkan beban hidrolis menjadi besar. Seperti yang dikemukakan oleh Otis (1999) bahwa kegagalan sistem terjadi pada batasan desain karena mereka sensitif pada beban hidrolis dan beban massa polutan. Oleh karena itu evaluasi tempat harus menentukan kapasitas tanah untuk menerima hidrolis dan mengolah beban massa harian air limbah yang diharapkan. Perkiraan volume air limbah harian dibagi dengan tingkat beban hidrolis yang dapat dipakai untuk menghitung kebutuhan area permukaan peresapan. Jarak Pemisahan yang cukup antara permukaan peresapan dan daerah jenuh lain atau batasan horizontal hidrolis dengan profil tanah harus diperhatikan untuk mencapai removal polutan yang diinginkan, dapat menahan kondisi aerobik dibawah tanah dan memberikan gradien sebarang hidrolis secukupnya pada zona perembesan. Ketika effluen septiktank dengan organik rendah dan kandungan oksigen demand yang digunakan pada permukaan peresapan pada tingkat beban hidrolis yang besar dari effluen septiktank yang digunakan maka efisiensi pengolahan dapat berkurang (converse and tyler, 1998., siegrist, 2000).

Beban hidrolis atau Hydraulic Loading rate adalah dosis volume (rata-rata aliran harian) air limbah dibagi dengan luas area kaki persegi (Ft^2) media peresapan. beban hidrolis yang besar atau hidrolis overloaded disebabkan oleh aliran air limbah atau beban polutan yang masuk ke media peresapan melebihi kapasitas sistem yang didesain.

Selain itu kapasitas perembesan berkurang dimana permukaan peresapan terbatas. Hal ini terjadi karena reaerasi pada permukaan media terbatas, sedang perembesan lebih deras. Jalan yang sempit mempengaruhi transport oksigen pada media terbawah menjadi penyebaran melalui sekitar media permukaan peresapan.

Dibawah daerah tak jenuh lebar area peresapan dengan cepat menjadi anaerobic karena rata-rata difusi oksigen sangat rendah untuk memenuhi keperluan oksigen atau oxygen demands biota dan organik pada permukaan peresapan (Otis,1985; siegrist et al.,1986). Pengaruh dari proses yang terjadi akan siklus yang sangat kompleks dari nitrogen pada air limbah dalam reaktor. Nitrogen dapat melalui beberapa transformasi pada reaktor SWIS termasuk adsorpsi, mudah menguap, mineralisasi, nitrifikasi, dan denitrifikasi. Nitrifikasi, pertukaran ammonium nitrogen ke nitrit dan kemudian nitrat oleh bakteri dibawah kondisi aerobik, transformasi utama yang terjadi dengan segera diarea peresapan atau infiltrasi. Kenegetifan isi ion nitrat sangat terlarut dan dapat dengan mudah berpindah dengan penyaringan air tanah (USEPA,2002).

Penurunan konsentrasi Total Nitrogen menjadi hanya 30,78% di reaktor 3 ini. Efisiensi ini masih lebih rendah dari pada reaktor 2 dengan variasi 2 buah pipa distribusi yaitu 34,96%. Hal ini menunjukkan bahwa ada pengaruh pada jumlah pemakaian pipa distribusi antara variasi 1 pipa, 2 pipa dan 3 pipa.

Dari pembahasan diatas diketahui bahwa penurunan konsentrasi Total Nitrogen terbesar terjadi pada reaktor 1 sebesar 39,95% dengan konsentrasi awal (C_0) 8,51 mg/L menjadi 5,11 mg/L. Terjadi perubahan yang signifikan, hal ini dapat dilihat pada tabel dan grafik yang juga ditunjukkan pada uji anova. Berarti hipotesa pertama, mengenai *Subsurface infiltration* dapat menurunkan kandungan Total nitrogen adalah benar. Juga pada hipotesa nomor 2 mengenai adanya variasi pemasangan pipa distribusi pada *subsurface infiltration*, maka kemungkinan didapat efisiensi penurunan konsentrasi total nitrogen pada air limbah domestik yang paling efektif adalah benar yaitu pada penelitian didapatkan bahwa reaktor 1 dengan pemakaian 1

buah pipa distribusi adalah yang paling efektif dalam menurunkan konsentrasi Total Nitrogen.

4.3.2 Total Fosfat

Pada analisa data, rata-rata dari pengambilan sampel untuk total Fosfat menunjukkan adanya penurunan konsentrasi Total Fosfat pada masing-masing sampel pada reaktor dengan jumlah pemakaian pipa yang bervariasi.

Dari gambar grafik menunjukkan variasi penurunan Total Fosfat berdasarkan tingkat konsentrasi air limbah dalam reaktor berbeda-beda, berdasarkan variasi pemakaian pipa dan waktu detensi (T_d) 2 jam. Pada hari ke 1 yaitu pada reaktor 1 dengan menggunakan variasi 1 pipa distribusi terjadi penurunan sebesar 43,83% dengan konsentrasi awal (C_o) 3,324 mg/L menjadi 1,867 mg/L. Untuk reaktor 2 dengan menggunakan variasi 2 pipa distribusi terjadi penurunan sebesar 35,99% dengan konsentrasi awal (C_o) 4,012 mg/L menjadi 2,568 mg/L. Sedangkan pada reaktor 3 dengan variasi 3 pipa distribusi terjadi penurunan sebesar 30,00% dengan konsentrasi awal (C_o) 4,199 mg/L menjadi 2,939 mg/L.

Proses penurunan kadar Total Fosfat adalah proses fisik yaitu penyaringan, adsorpsi, ion exchange dan reaksi presipitasi (pengendapan).

Pada reaktor 1 dengan 1 pipa distribusi, air limbah yang masuk tidak melebihi kapasitas dari luas area peresapan yang ada. Sehingga media dapat menyaring lebih optimal dan pori-pori media belum tertutup oleh aliran air limbah yang masuk berlebihan karena hanya menggunakan 1 pipa distribusi. Sehingga efisiensi penurunannya lebih efektif dibandingkan reaktor lainnya. Selain itu potensial

kelembaban media masih rendah sehingga penyaringan air limbah melalui pori-pori media akan terjadi dan kontak media dengan air limbah menjadi lebih lama.

Penurunan terbesar antara reaktor 1,2,dan 3 terjadi pada reaktor 1 dihari ke 1 yaitu sebesar 43,83%. Dan yang paling kecil efisiensi penurunannya adalah pada reaktor 3 dengan 3 pipa distribusi. Hal ini disebabkan seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, Jarak yang terlalu dekat antar pipa distribusi akan menyebabkan beban hidrolis menjadi besar. Ketika effluent septiktank dengan organik rendah dan kandungan oksigen demand yang digunakan pada permukaan peresapan pada tingkat beban hidrolis yang besar dari effluen septiktank yang digunakan maka efisiensi pengolahan dapat berkurang (converse and tyler, 1998., siegrist, 2000).

Monitoring konsentrasi fosfat setelah melewati SWIS tergantung pada beberapa faktor diantaranya yaitu karakteristik media penyaring, ketebalan daerah tak jenuh yang dilalui sebagai penyaringan, pemakaian loading rate, dan usia dari sistem (USEPA,2002). Penghambatan kontaminan fosfat dari SWIS dipertinggi pada tekstur media yang baik tanpa lanjutan media berpori besar yang akan memberikan penyaringan yang deras. Pertambahan jarak sistem horizontal dan dari permukaan air tanah juga faktor penting pada pembatasan pelepasan fosfat karena besarnya dan memperpanjang lagi kontak dengan permukaan media. Nasib dan transportasi fosfat pada media diatur oleh penyaringan dan reaksi pengendapan (Sikora dan corey,1976). Selain itu, kapasitas media untuk menahan fosfat terbatas. Dengan dialirkannya beban, fosfat bergerak kedalam sampai profil media dapat menjadi yang diharapkan. Kapasitas penyimpanan utama tanah tergantung pada beberapa faktor termasuk mineralogi, distribusi ukuran partikel, potensi reduksi-oksidasi, dan pH. Tekstur media yang baik secara teoretikal memberikan lebih tempat serapan untuk fosfat.

Mineral Besi, aluminum, dan calcium pada tanah memberikan reaksi pengendapan fosfat terjadi (USEPA,2002).

Dari pembahasan diatas diketahui bahwa penurunan konsentrasi Total fosfat terbesar terjadi pada reaktor 1 sebesar 43,83% dengan konsentrasi awal (C_0) 3,324 mg/L menjadi 1,867 mg/L. Terjadi perubahan yang signifikan, hal ini dapat dilihat pada tabel dan grafik yang juga ditunjukkan pada uji anova. Berarti hipotesa pertama, mengenai *Subsurface infiltration* dapat menurunkan kandungan Total fosfat adalah benar. Juga pada hipotesa nomor 2 mengenai adanya variasi pemasangan pipa distribusi pada *subsurface infiltration*, maka kemungkinan didapat efisiensi penurunan konsentrasi total fosfat pada air limbah domestik yang paling efektif adalah benar yaitu pada penelitian didapatkan bahwa reaktor 1 dengan pemakaian 1 buah pipa distribusi adalah yang paling efektif dalam menurunkan konsentrasi Total fosfat.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

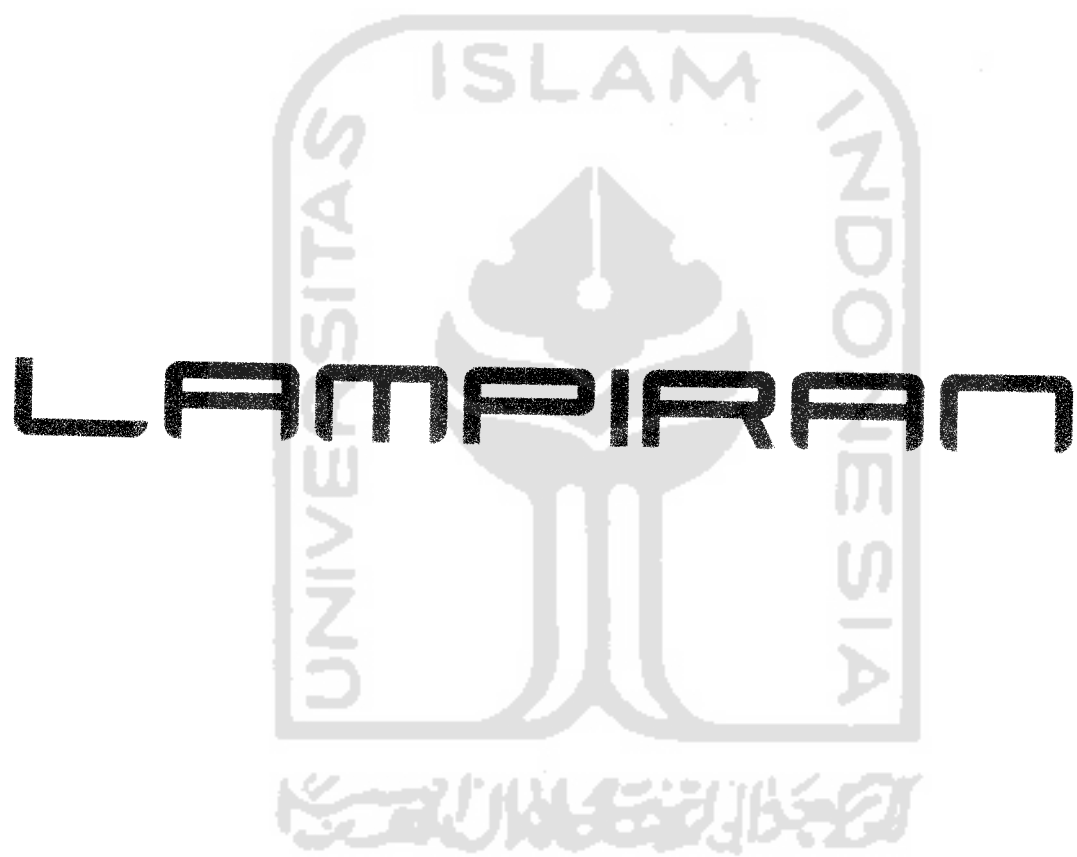
Dari hasil penelitian, analisis, dan pembahasan, dapat diambil beberapa kesimpulan yang berkaitan dengan penelitian tersebut :

1. *Subsurface infiltration* dapat menurunkan kandungan Total nitrogen sebesar 12,01% - 34,99% dalam air limbah domestik effluent septictank dengan media pasir dan kerikil sebagai media penyaringan.
2. *Subsurface infiltration* dapat menurunkan kandungan Total Fosfat sebesar 12,99% - 43,83% dalam air limbah domestik effluent septictank dengan media pasir dan kerikil sebagai media penyaringan.
3. Pemasangan pipa distribusi yang paling efektif yaitu pada reaktor 1 karena terjadi Efisiensi Penurunan Konsentrasi pada parameter Total Nitrogen dan Fosfat paling besar, yaitu dengan variasi pemasangan 1 buah pipa distribusi, 34,99% untuk parameter Total Nitrogen dan 43,83% untuk parameter total Fosfat.
4. Nilai Efektifitas penurunan yang dihasilkan dari reaktor pada penelitian ini disebabkan belum adanya pertumbuhan mikroorganisme 100% pada media sehingga perlu dilakukan Proses pertumbuhan biologis terlebih dahulu pada penelitian selanjutnya agar didapat efisiensi penurunan yang lebih besar.

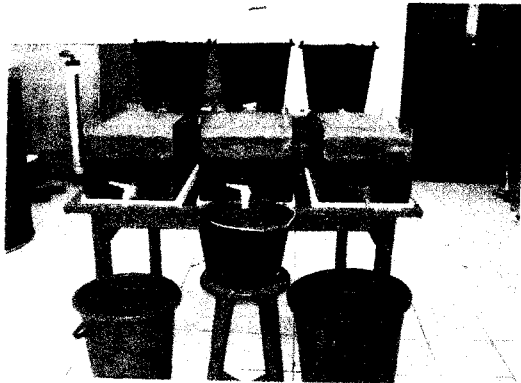
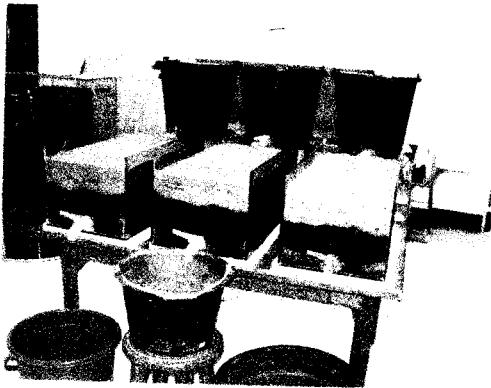
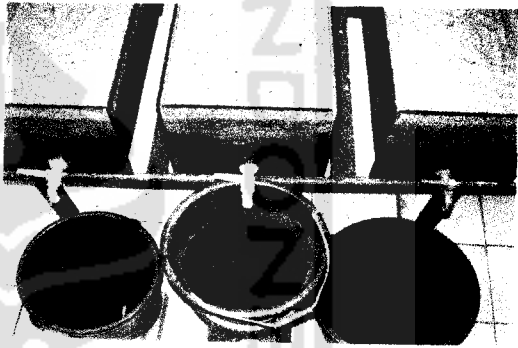
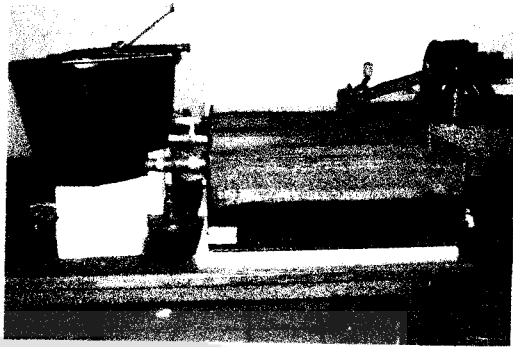
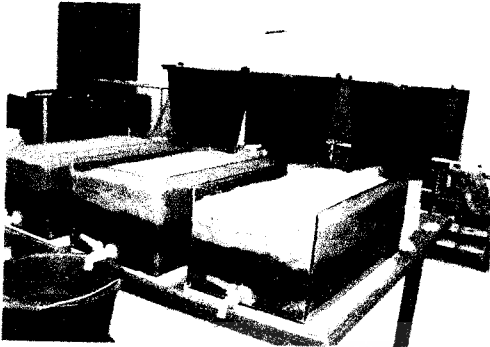
Daftar Pustaka

- Alaerts G., dan S.S Santika., 1984, *Metode Penelitian Air*, Usaha Nasional, Surabaya, Indonesia
- AWWA, WPCF, 1995, *standard methods for the examination of water and wastewater*, Washington.
- Hammer,M.J, 1977, *Water and Wastewater Technology Edisi ke – 3*, John Wiley & Sons.
- Laboratorium Balai Lingkungan Permukiman : *Pengolahan Air Limbah Rumah Tangga*. 1994
- Mahida,U.N, 1994, *Pencemaran Air dan Pemanfaatan Limbah Industri*.
- Metcalf and Eddy, (1991), “ *Wastewater and engineering* “ 3rd ed, McGraw Hill International Engineering, Singapore.
- Razif, M., 1985., *Pengolahan Air Minum*, Diktat TP-FTSP-ITS, Surabaya
- Sugiharto, *Dasar-dasar Pengelolaan Air Limbah*, UI-Press, 1987.
- U.S. Environmental Protection Agency (USEPA).2002. *Onsite Wastewater Treatment systems*. EPA -625-R-00-008U.S. Environmental Protection Agency, Office of water, Office of Research and Development, Washington, DC.

www.US Aid.com diakses pada tanggal 30 januari 2007



DOKUMENTASI REAKTOR



PERHITUNGAN REAKTOR DALAM SKALA LABORATORIUM

Kriteria Desain :

1. V (kecepatan) = 0,3 – 1 m/jam

2. Ukuran Media

Pasir = Bebas

Kerikil = 2 – 5 cm

3. Panjang Reaktor (L) = sampai 30 meter

4. Tinggi (H) = 1 – 1,3 meter

5. Lebar (W) = 0,3 – 1,3 meter

6. T_d = 2 jam

Dimensi Reaktor :

$$P = 60 \text{ cm} = 0,6 \text{ m}$$

$$L = 30 \text{ cm} = 0,3 \text{ m}$$

$$T = 25 \text{ cm} = 0,25 \text{ m}$$

$$\text{Volume} = P \times L \times T$$

$$= 0,60 \text{ m} \times 0,30 \text{ m} \times 0,25 \text{ m}$$

$$= 0,045 \text{ m}^3$$

$$\text{Debit} (Q) = V / T_d$$

$$= 0,045 \text{ m}^3 / 2 \text{ jam}$$

$$= 0,0225 \text{ m}^3 = 22,5 \text{ Ltr/jam}$$

$$V (\text{kec}) = Q / A$$

$$= 0,0225 \text{ m}^3/\text{jam} / 0,30 \text{ m} \times 0,25 \text{ m}$$

$$= 0,3 \text{ m/jam}$$

$$T_d = V / Q = 0,045 \text{ m}^3 / 0,0225 \text{ m}^3$$

$$= 2 \text{ jam}$$

LAMPIRAN

Analisa data uji anova satu jalur

1. Uji Anova Satu jalur untuk uji Total Nitrogen

1.1. Uji Anova Satu Jalur untuk total Nitrogen bagian inlet dan outlet pada reaktor 1 dengan variasi pemakaian 1 pipa distribusi.

Langkah 1. Membuat H_a dan H_0 dalam bentuk kalimat

H_a : Ada perbedaan yang signifikan antara konsentrasi bagian inlet dan outlet

H_0 : Tidak ada perbedaan yang signifikan antara konsentrasi bagian inlet dan outlet

Langkah 2. membuat H_a dan H_0 model statistik

H_a : $A_1 \neq A_2$

H_0 : $A_1 = A_2$

Langkah 3. membuat tabel penolong untuk menghitung angka statistik

Hari ke	Inlet	Inlet2	Outlet	Outlet ²
1	11.23	126	7.3	53
2	8.51	72	5.11	26
3	9.73	95	6.81	46
4	9.32	87	6.71	45
5	7.67	59	5.52	30
6	9.68	94	7.76	60
7	8.84	78	7.25	53
STATISTIK				TOTAL
n	—	7	7	14
∑X		65	46	111
∑X ²		611	314	925
\bar{x}		9.283	6.637	15.920
$(\sum X)^2/n_{Ai}$		603.200	308.362	911.562
JK _A	24.499			
dk _A	1			
KR _A	24.499			
JK _D	13.236			
dk _D	12			
KR _D	1.103			
F _{hitung}	22.211			
F _{tabel}	4.07			

Langkah 4. Mencari jumlah kuadrat antar group (JK_A) dengan rumus :

$$\begin{aligned}
 JK_A &= \frac{(\sum X_{Ai})^2}{n_{Ai}} - \frac{(\sum X_T)^2}{N} \\
 &= \left[\frac{(65)^2}{7} + \frac{(46)^2}{7} \right] - \left[\frac{(111)^2}{14} \right] \\
 &= 24,499
 \end{aligned}$$

Langkah 5. Mencari derajat kebebasan antar group (dk) dengan rumus :

$$Dk_A = A-1 = 2-1 = 1$$

Langkah 6. Mencari kuadrat Rerata antar group (KR_A) dengan rumus :

$$KR_A = \frac{JK_A}{dk_A} = \frac{24,499}{1} = 24,499$$

Langkah 7. Mencari jumlah kuadrat dalam antar group (JK_D) dengan rumus :

$$JK_D = \sum X_r^2 - \frac{\sum (\sum X_{Ai})^2}{n_{Ai}} = 13,236$$

Langkah 8. Mencari derajat kebebasan dalam antar group (dK_d) dengan rumus :

$$dK_D = N - A = 14 - 2 = 12$$

Langkah 9. Mencari kuadrat rerata dalam antar group (KR_D) dengan rumus :

$$KR_D = \frac{JK_D}{dK_D} = 1,103$$

Langkah 10. Mencari nilai F_{hitung} dengan rumus :

$$F_{hitung} = \frac{KR_A}{KR_D} = 22,211$$

Langkah 11. Menentukan kaedah pengujian :

Jika $F_{hitung} \geq F_{tabel}$ maka tolak H_0 artinya signifikan

Jika $F_{hitung} \leq F_{tabel}$ maka terima H_0 artinya tidak signifikan

Langkah 12. Mencari F_{tabel} dengan rumus :

$$\begin{aligned} F_{tabel} &= F_{(1-\alpha)(dKA, dKD)} \\ &= F_{(1-0,05)(1, 12)} \\ &= 4,07 \end{aligned}$$

Langkah 13. Membandingkan F_{hitung} dengan F_{tabel} :

Diperoleh $F_{hitung} > F_{tabel}$ atau $22,211 > 4,07$ maka terima H_0 artinya

Signifikan

1.2. Uji Anova Satu Jalur untuk total Nitrogen bagian inlet dan outlet pada reaktor 2 dengan variasi pemakaian 2 pipa distribusi.

Langkah 1. Membuat H_a dan H_0 dalam bentuk kalimat

H_a : Ada perbedaan yang signifikan antara konsentrasi bagian inlet dan outlet

H_0 : Tidak ada perbedaan yang signifikan antara konsentrasi bagian inlet dan outlet

Langkah 2. membuat H_a dan H_0 model statistik

H_a : $A_1 \neq A_2$

H_0 : $A_1 = A_2$

Langkah 3. membuat tabel penolong untuk menghitung angka statistik

Hari ke	Inlet	Inlet ²	Outlet	Outlet ²
1	9.98	100	6.88	47
2	7.78	61	5.06	26
3	10.65	113	7.89	62
4	8.56	73	6.51	42
5	9.87	97	7.61	58
6	10.08	102	8.37	70
7	8.92	80	7.67	59
STATISTIK				TOTAL
n		7	7	14
$\sum X$		66	50	116
$\sum X^2$		625	364	990
\bar{x}		9.406	7.141	16.547
$(\sum X)^2/n_{A_i}$		619.272	357.000	976.272
JK_A	17.944			
dk_A	1			
KR_A	17.944			
JK_D	13.510			
dk_D	12			
KR_D	1.126			
F_{hitung}	15.938			
F_{tabel}	4.07			

Langkah 4. Mencari jumlah kuadrat antar group (JK_A) dengan rumus :

$$\begin{aligned} JK_A &= \frac{(\sum X_{Ai})^2}{n_{Ai}} - \frac{(\sum X_T)^2}{N} \\ &= \left[\frac{(66)^2}{7} + \frac{(50)^2}{7} \right] - \left[\frac{(116)^2}{14} \right] \\ &= 17,944 \end{aligned}$$

Langkah 5. Mencari derajat kebebasan antar group (dk) dengan rumus :

$$Dk_A = A - 1 = 2 - 1 = 1$$

Langkah 6. Mencari kuadrat Rerata antar group (KR_A) dengan rumus :

$$KR_A = \frac{JK_A}{dk_A} = \frac{17,944}{1} = 17,944$$

Langkah 7. Mencari jumlah kuadrat dalam antar group (JK_D) dengan rumus :

$$JK_D = \sum X_T^2 - \frac{(\sum X_{Ai})^2}{n_{Ai}} = 13,510$$

Langkah 8. Mencari derajat kebebasan dalam antar group (dk_d) dengan rumus :

$$dk_D = N - A = 14 - 2 = 12$$

Langkah 9. Mencari kuadrat rerata dalam antar group (KR_D) dengan rumus :

$$KR_D = \frac{JK_D}{dk_D} = 1,126$$

Langkah 10. Mencari nilai F_{hitung} dengan rumus :

$$F_{hitung} = \frac{KR_A}{KR_D} = 15,938$$

Langkah 11. Menentukan kaedah pengujian :

Jika $F_{hitung} \geq F_{tabel}$ maka tolak H_0 artinya signifikan

Jika $F_{hitung} \leq F_{tabel}$ maka terima H_a artinya tidak signifikan

Langkah 12. Mencari F_{tabel} dengan rumus :

$$\begin{aligned} F_{\text{tabel}} &= F_{(1-\alpha)(dKA, dKD)} \\ &= F_{(1-0,05)(1, 12)} \\ &= 4,07 \end{aligned}$$

Langkah 13. Membandingkan F_{hitung} dengan F_{tabel} :

Diperoleh $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$ atau $15,938 > 4,07$ maka terima H_0 artinya .

Signifikan



1.3. Uji Anova Satu Jalur untuk total Nitrogen bagian inlet dan outlet pada reaktor 3 dengan variasi pemakaian 3 pipa distribusi.

Langkah 1. Membuat Ha dan H0 dalam bentuk kalimat

Ha : Ada perbedaan yang signifikan antara konsentrasi bagian inlet dan outlet

Ho : Tidak ada perbedaan yang signifikan antara konsentrasi bagian inlet dan outlet

Langkah 2. membuat Ha dan H0 model statistik

Ha : $A_1 \neq A_2$

Ho : $A_1 = A_2$

Langkah 3. membuat tabel penolong untuk menghitung angka statistik

Hari ke	Inlet	Inlet ²	Outlet	Outlet ²
1	10.32	107	7.43	55
2	8.64	75	5.98	36
3	10.13	103	8.31	69
4	8.81	78	7.4	55
5	8.67	75	7.28	53
6	9.74	95	8.57	73
7	9.1	83	7.93	63
STATISTIK				TOTAL
n		7	7	14
$\sum X$		65	53	118
$\sum X^2$		614	404	1018
\bar{x}		9.344	7.557	16.901
$(\sum X)^2/n_{Ai}$		611.210	399.773	1010.983
JK_A	11.179			
dk_A	1			
KR_A	11.179			
JK_D	7.359			
dk_D	12			
KR_D	0.613			
F_{hitung}	18.230			
F_{tabel}	4.07			

Langkah 4. Mencari jumlah kuadrat antar group (JK_A) dengan rumus :

$$\begin{aligned} JK_A &= \frac{(\sum X_{Ai})^2}{n_{Ai}} - \frac{(\sum X_T)^2}{N} \\ &= \left[\frac{(65)^2}{7} + \frac{(53)^2}{7} \right] - \left[\frac{(118)^2}{14} \right] \\ &= 11,179 \end{aligned}$$

Langkah 5. Mencari derajat kebebasan antar group (dk) dengan rumus :

$$Dk_A = A - 1 = 2 - 1 = 1$$

Langkah 6. Mencari kuadrat Rerata antar group (KR_A) dengan rumus :

$$KR_A = \frac{JK_A}{dk_A} = \frac{11,179}{1} = 11,179$$

Langkah 7. Mencari jumlah kuadrat dalam antar group (JK_D) dengan rumus :

$$JK_D = \sum X_T^2 - \frac{\sum (\sum X_{Ai})^2}{n_{Ai}} = 7,359$$

Langkah 8. Mencari derajat kebebasan dalam antar group (dk_d) dengan rumus :

$$dk_D = N - A = 14 - 2 = 12$$

Langkah 9. Mencari kuadrat rerata dalam antar group (KR_D) dengan rumus :

$$KR_D = \frac{JK_D}{dk_D} = 0,613$$

Langkah 10. Mencari nilai F_{hitung} dengan rumus :

$$F_{hitung} = \frac{KR_A}{KR_D} = 18,230$$

Langkah 11. Menentukan kaedah pengujian :

Jika $F_{hitung} \geq F_{tabel}$ maka tolak H_0 artinya signifikan

Jika $F_{hitung} \leq F_{tabel}$ maka terima H_a artinya tidak signifikan

Langkah 12. Mencari F_{tabel} dengan rumus :

$$\begin{aligned} F_{\text{tabel}} &= F_{(1-\alpha)(dKA, dKD)} \\ &= F_{(1-0,05)(1, 12)} \\ &= 4,07 \end{aligned}$$

Langkah 13. Membandingkan F_{hitung} dengan F_{tabel} :

Diperoleh $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$ atau $18,230 > 4,07$ maka terima H_0 artinya

Signifikan



2. Uji Anova Satu jalur untuk uji Total Fosfat

2.1. Uji Anova Satu Jalur untuk total Fosfat bagian inlet dan outlet pada reaktor

1 dengan variasi pemakaian 1 pipa distribusi.

Langkah 1. Membuat H_a dan H_0 dalam bentuk kalimat

H_a : Ada perbedaan yang signifikan antara konsentrasi bagian inlet dan outlet

H_0 : Tidak ada perbedaan yang signifikan antara konsentrasi bagian inlet dan outlet

Langkah 2. membuat H_a dan H_0 model statistik

H_a : $A_1 \neq A_2$

H_0 : $A_1 = A_2$

Langkah 3. membuat tabel penolong untuk menghitung angka statistik

Hari ke	Inlet	Inlet ²	Outlet	Outlet ²
1	3.324	11	1.867	3
2	4.102	17	2.42	6
3	3.953	16	2.688	7
4	2.896	8	2.027	4
5	3.108	10	2.362	6
6	2.987	9	2.27	5
7	3.874	15	2.789	8
STATISTIK				TOTAL
n		7	7	14
$\sum X$		24	16	41
$\sum X^2$		85	39	125
\bar{x}		3.463	2.346	5.810
$(\sum X)^2/n_{Ai}$		83.967	38.531	122.498
JK_A	4.369			
dk_A	1			
KR_A	4.369			
JK_D	2.167			
dk_D	12			
KR_D	0.181			

F_{hitung}	24.198			
F_{tabel}	4.07			

Langkah 4. Mencari jumlah kuadrat antar group (JK_A) dengan rumus :

$$\begin{aligned}
 JK_A &= \frac{(\sum X_{Ai})^2}{n_{Ai}} - \frac{(\sum X_T)^2}{N} \\
 &= \left[\frac{(24)^2}{7} + \frac{(16)^2}{7} \right] - \left[\frac{(41)^2}{14} \right] \\
 &= 4.369
 \end{aligned}$$

Langkah 5. Mencari derajat kebebasan antar group (dk) dengan rumus :

$$dk_A = A - 1 = 2 - 1 = 1$$

Langkah 6. Mencari kuadrat Rerata antar group (KR_A) dengan rumus :

$$KR_A = \frac{JK_A}{dk_A} = \frac{4,369}{1} = 4,369$$

Langkah 7. Mencari jumlah kuadrat dalam antar group (JK_D) dengan rumus :

$$JK_D = \sum X_T^2 - \frac{\sum (\sum X_{Ai})^2}{n_{Ai}} = 2,167$$

Langkah 8. Mencari derajat kebebasan dalam antar group (dk_d) dengan rumus :

$$dk_D = N - A = 14 - 2 = 12$$

Langkah 9. Mencari kuadrat rerata dalam antar group (KR_D) dengan rumus :

$$KR_D = \frac{JK_D}{dk_D} = 0,181$$

Langkah 10. Mencari nilai F_{hitung} dengan rumus :

$$F_{hitung} = \frac{KR_A}{KR_D} = 24.198$$

Langkah 11. Menentukan kaedah pengujian :

Jika $F_{hitung} \geq F_{tabel}$ maka tolak H_0 artinya signifikan

Jika $F_{hitung} \leq F_{tabel}$ maka terima H_a artinya tidak signifikan

Langkah 12. Mencari F_{tabel} dengan rumus :

$$\begin{aligned} F_{\text{tabel}} &= F_{(1-\alpha)(dKA, dKD)} \\ &= F_{(1-0,05)(1, 12)} \\ &= 4,07 \end{aligned}$$

Langkah 13. Membandingkan F_{hitung} dengan F_{tabel} :

Diperoleh $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$ atau $26,114 > 4,07$ maka terima H_0 artinya

Signifikan



LAMPIRAN

PERATURAN PEMERINTAH NOMOR 82 TAHUN 2001
TANGGAL 14 DESEMBER 2001

TENTANG

PENGELOLAAN KUALITAS AIR DAN PENGENDALIAN PENCEMARAN AIR

Kriteria Mutu Air Berdasarkan Kelas

PARAMETER	SATUAN	KELAS				KETERANGAN
		I	II	III	IV	
FISIKA						
Temperatur	°C	Deviasi 3	Deviasi 3	Deviasi 3	Deviasi 5	Deviasi Tempertur dari keadaan alamiah
Residu Terlarut	mg/L	1000	1000	1000	2000	
Residu Tersuspensi	mg/L	50	50	400	400	Bagi pengolahan air minum secara konvensional, residu tersuspensi ≤ 5000 mg/L

KIMIA ANORGANIK						
ph		6-9	6-9	6-9	5-9	Apabila secara alamiah di luar rentang tersebut, maka ditentukan berdasarkan kondisi alamiah
BOD	mg/L	2	3	6	12	
COD	mg/L	10	25	50	100	
DO	mg/L	6	4	3	0	Angka batas minimum
Total Fosfat sbg P	mg/L	0,2	0,2	1	5	
NO 3 sebagai N	mg/l.	10	10	20	20	

NH3-N	mg/L	0,5	(-)	(-)	(-)	Bagi perikanan, kandungan amonia bebas untuk ikan yang peka $\leq 0,02$ mg/L sebagai NH3
Arsen	mg/L	0,05	1	1	1	
Kobalt	mg/L	0,2	0,2	0,2	0,2	
Barium	mg/L	1	(-)	(-)	(-)	
Boron	mg/L	1	1	1	1	
Selenium	mg/L	0,01	0,05	0,05	0,05	
Kadmium	mg/L	0,01	0,01	0,01	0,01	
Khrom (VI)	mg/L	0,05	0,05	0,05	0,01	
Tembaga	mg/L	0,02	0,02	0,02	0,2	Bagi pengolahan air minum secara konvensional, Cu ≤ 1 mg/L
Besi	mg/L	0,3	(-)	(-)	(-)	Bagi pengolahan air minum secara konvensional, Fe ≤ 5 mg/L
Timbal	mg/L	0,03	0,03	0,03	1	Bagi pengolahan air minum secara konvensional, Pb $\leq 0,1$ mg/L
Mangan	mg/L	1	(-)	(-)	(-)	
Air Raksa	mg/L	0,001	0,002	0,002	0,005	
Seng	mg/L	0,05	0,05	0,05	2	Bagi pengolahan air minum secara konvensional, Zn ≤ 5 mg/L
Klorida	mg/L	1	(-)	(-)	(-)	
Sianida	mg/L	0,02	0,02	0,02	(-)	
Fluorida	mg/L	0,5	1,5	1,5	(-)	

Nitrit sebagai N	mg/L	0,06	0,06	0,06	(-)	Bagi pengolahan air minum secara konvensional, NO ₂ -N ≤ 1 mg/L
Sulfat	mg/L	400	(-)	(-)	(-)	
Khlorin bebas	mg/L	0,03	0,03	0,03	(-)	Bagi ABAM tidak dipersyaratkan
Belerang sebagai H ₂ S	mg/L	0,002	0,002	0,002	(-)	
MIKROBIOLOGI						
Fecal coliform	jml/100 ml	100	1000	2000	2000	Bagi pengolahan air minum secara konvensional, fecal coliform ≤ 2000 jml/100 ml dan total coliform ≤ 10000 jml/100ml
Total coliform	jml/100 ml	1000	5000	10000	10000	
RADIOAKTIVITAS						
Gross - A	bg/L	0,1	0,1	0,1	0,1	
Gross - B	bg/L	1	1	1	1	
KIMIA ORGANIK						
Minyak dan Lemak	ug/L	1000	1000	1000	(-)	
Detergen sebagai MBAS	ug/L	200	200	200	(-)	
Senyawa Fenol	ug/L	1	1	1	(-)	
Sebagai Fenol	ug/L					
BHC	ug/L	210	210	210	(-)	
Aldrin/Dieldrin	ug/L	17	(-)	(-)	(-)	
Chlordane	ug/L	3	(-)	(-)	(-)	
DDT	ug/L	2	2	2	2	
Heptachlor dan Heptachlor epoxide	ug/L	18	(-)	(-)	(-)	
	ug/L					
Lindane	ug/L	56	(-)	(-)	(-)	
Methoxyctor	ug/L	35	(-)	(-)	(-)	
Endrin	ug/L	1	4	4	(-)	
Toxaphan	ug/L	5	(-)	(-)	(-)	

Keterangan :

mg = miligram

ug = mikrogram

ml = militer

L = liter

Bq = Bequerel

MBAS = Methylene Blue Active Substance

ABAM = Air Baku untuk Air Minum

Logam berat merupakan logam terlarut

Nilai di atas merupakan batas maksimum, kecuali untuk pH dan DO.

Bagi pH merupakan nilai rentang yang tidak boleh kurang atau lebih dari nilai yang tercantum.

Nilai DO merupakan batas minimum.

Arti (-) di atas menyatakan bahwa untuk kelas termasuk, parameter tersebut tidak dipersyaratkan

Tanda £ adalah lebih kecil atau sama dengan

Tanda < adalah lebih kecil

PRESIDEN REPUBLIK INDONESIA

ttd.

MEGAWATI SOEKARNO PUTRI



water; 1.00 mL = 50.0 $\mu\text{g N}$. Prepare daily.

i. Standard nitrite solution: Dilute 10.00 mL intermediate NO_2^- solution to 1000 mL with water; 1.00 mL = 0.500 $\mu\text{g N}$. Prepare daily.

4. Procedure

a. Removal of turbidity: If sample contains suspended solids, filter through a 0.45- μm pore diam membrane filter.

b. Color development: To 50.0 mL clear sample neutralized to pH 7, or to a portion diluted to 50.0 mL, add 1 mL sulfanilamide solution. Let reagent react for 2 to 8 min. Add 1.0 mL NED dihydrochloride solution and mix immediately. Let stand at least 10 min but not more than 2 h.

c. Photometric measurement: Measure absorbance at 543 nm. As a guide use the following light paths for the indicated NO_2^- -N concentrations:

Light Path Length cm	NO_2^- -N $\mu\text{g/L}$
1	2-25
5	2-6
10	<2

Run parallel checks frequently against NO_2^- standards, preferably in the concentration range of the sample. Redetermine

complete calibration curves after preparing new reagents.

d. Color standards for visual comparison: Prepare a suitable series of visual color standards in nessler tubes by adding the following volumes of standard NO_2^- solution and diluting to 50 mL with water: 0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.7, 1.0, 1.4, 1.7, 2.0, and 2.5 mL, corresponding, respectively, to 0, 1.0, 2.0, 4.0, 7.0, 10, 14, 17, 20, and 25 $\mu\text{g NO}_2^-$ -N/L. Develop color as described in § 4b. Compare samples to visual standards in matched nessler tubes between 10 and 120 min after adding NED dihydrochloride reagent. Select the concentration where the sample tube color matches the standard tube color.

5. Calculation

$$\text{mg NO}_2^- \text{-N/L} = \frac{\mu\text{g NO}_2^- \text{-N (in 52 mL final volume)}}{\text{mL sample}}$$

6. Bibliography

- RIDER, B.F. & M.G. MELLON. 1946. Colorimetric determination of nitrites. *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 18:96.
- BARNES, H. & A.R. FOLKARD. 1951. The determination of nitrites. *Analyst* 76:599.
- BOLTZ, D.F., ed. 1958. *Colorimetric Determination of Nonmetals*. Interscience Publishers, New York, N.Y.

420 NITROGEN (ORGANIC)*

1. Selection of Method

The major factor that influences the selection of a macro- or semi-micro-kjeldahl method to determine organic nitrogen is the concentration of organic nitrogen. The

macro-kjeldahl method is applicable for samples containing either low or high concentrations of organic nitrogen but requires a relatively large sample volume for low concentrations. In the semi-micro-kjeldahl method, which is applicable to samples containing high concentrations of organic nitrogen, the sample volume should be chosen to contain organic plus ammonia ni-

*Approved by Standard Methods Committee, 1985.

trogen (kjeldahl nitrogen) in the range of 0.2 to 2 mg.

2. Storage of Samples

The most reliable results are obtained on fresh samples. If an immediate analysis is not possible, preserve samples by acidifying to pH 1.5 to 2.0 with concentrated H_2SO_4 and storing at $4^\circ C$. Do not use $HgCl_2$ because it will interfere with ammonia removal.

3. Interferences

a. Nitrate: During digestion, nitrate in excess of 10 mg/L can oxidize a portion of the ammonia released from the digested organic nitrogen, producing N_2O and resulting in a negative interference. When sufficient organic matter in a low state of oxidation is present, nitrate can be reduced to ammonia, resulting in a positive interference. The conditions under which significant interferences occur are not well defined and there is no proven way to eliminate the interference in conjunction with the methods described herein.

b. Inorganic salts and solids: The acid and salt content of the digestion reagent is intended to produce a digestion temperature of about 360 to $370^\circ C$. If the sample contains a very large quantity of salt or inorganic solids that dissolve during digestion, the temperature may rise above $400^\circ C$, at which point pyrolytic loss of nitrogen begins to occur. To prevent an excessive digestion temperature, add more H_2SO_4 to maintain the acid-salt balance. Not all salts cause precisely the same temperature rise, but adding of 1 mL H_2SO_4 /g salt in the sample gives reasonable results. Add the extra acid and the digestion reagent to both sample and reagent blank. Too much acid will lower the digestion temperature below $360^\circ C$ and result in incomplete digestion and recovery. If necessary, add more sodium hydroxide-sodium thiosulfate before the final distillation step to neutralize the excess acid.

Large amounts of salt or solids also may cause bumping during distillation. If this occurs, add more dilution water to the samples after digestion.

c. Organic matter: During digestion, H_2SO_4 oxidizes organic matter to CO_2 and H_2O . If a large amount of organic matter is present, a large amount of acid will be consumed, the ratio of salt to acid will increase, and the digestion temperature will increase. If enough organic matter is present, the temperature will rise above $400^\circ C$, resulting in pyrolytic loss of nitrogen. To prevent this, add to the digestion flask 10 mL conc H_2SO_4 /3 g COD. (For most organic substances, 3 g COD equals about 1 g organic matter). Alternately, add 50 mL more of digestion reagent/g COD. Additional sodium hydroxide-sodium thiosulfate reagent may be necessary to keep the distillation pH high. Because reagents may contain traces of ammonia, treat the reagent blank identically with the samples.

4. Use of a Catalyst

Although it generally is desirable to avoid using mercury because of its toxicity and the problems associated with disposal of residues, mercury is the catalyst of choice. Only selenium is as effective as mercury, but selenium is highly toxic and there are potential interferences associated with its use. Digestion of some samples may be complete or nearly complete without the use of a catalyst or with the use of a less toxic catalyst, such as copper. If copper is substituted for mercury, add 10 mL of a solution containing 25.115 g $CuSO_4$ /L to each macro-kjeldahl digestion flask with 50 mL digestion reagent from which the HgO has been omitted. Use 2 mL of $CuSO_4$ solution for the semi-micro method. If the mercury catalyst is omitted, report this deviation and indicate, if possible, the percentage recovery relative to the results for similar samples analyzed using the mercury catalyst.

Organic Nitrogen in Sample mg/L	Sample Size mL
0-1	500
1-10	250
10-20	100
20-50	50.0
50-100	25.0

If necessary, dilute sample to 300 mL, neutralize to pH 7, and dechlorinate as described in Section 417A.4b.

b. Ammonia removal: Add 25 mL borate buffer and then 6N NaOH until pH 9.5 is reached. Add a few glass beads or boiling chips and boil off 300 mL. If desired, distill this fraction and determine ammonia nitrogen. Alternately, if ammonia has been determined by the distillation method, use residue in distilling flask for organic nitrogen determination.

For sludge and sediment samples, weigh wet sample in a crucible or weighing bottle, transfer contents to a kjeldahl flask, and determine kjeldahl nitrogen. Follow a similar procedure for ammonia nitrogen and organic nitrogen determined by difference. Determinations of organic and kjeldahl nitrogen on dried sludge and sediment samples are not accurate because drying results in loss of ammonium salts. Measure dry weight of sample on a separate portion.

c. Digestion: Cool and add carefully 50 mL digestion reagent (or substitute 10 mL conc H_2SO_4 , 6.7 g K_2SO_4 , and 1.25 mL $HgSO_4$ solution) to distillation flask. Add a few glass beads and, after mixing, heat under a hood or with suitable ejection equipment to remove acid fumes. Boil briskly until the volume is greatly reduced (to about 25 to 50 mL) and copious white fumes are observed (fumes may be dark for samples high in organic matter). Then continue to digest for an additional 30 min. As digestion continues, colored or turbid samples will turn clear or straw-colored.

After digestion, let flask and contents cool, dilute to 300 mL with water, and mix. Tilt flask and carefully add 50 mL hydroxide-thiosulfate reagent to form an alkaline layer at flask bottom. Connect flask to steamed-out distillation apparatus and shake flask to insure complete mixing. A black precipitate, HgS , will form, and the pH should exceed 11.0.

d. Distillation: Distill and collect 200 mL distillate below surface of 50 mL absorbent solution. Use plain boric acid solution when ammonia is to be determined by nesslerization and use indicating boric acid for a titrimetric finish. Use 50 mL 0.04N H_2SO_4 solution for collecting distillate for manual phenate, nesslerization, or electrode methods. Extend tip of condenser well below level of absorbent solution and do not let temperature in condenser rise above 29°C. Lower collected distillate free of contact with delivery tube and continue distillation during last 1 or 2 min to cleanse condenser.

e. Final ammonia measurement: Use the nesslerization (417B), manual phenate (417C), titration (417D), or ammonia-selective electrode (417E) method.

f. Blank: Carry a reagent blank through all steps of the procedure and apply necessary corrections to the results.

5. Calculation

See Section 417B.5, 417C.5, 417D.5, or 417E.5.

6. Precision and Accuracy

Three synthetic samples containing various organic nitrogen concentrations and other constituents were analyzed by three procedural modifications of the macro-kjeldahl method: kjeldahl-nessler finish, kjeldahl-titrimetric finish, and calculation of the difference between kjeldahl nitrogen and ammonia nitrogen, both determined by a nessler finish. The results obtained by participating laboratories are summarized in Table 420:I.

TABLE 420:I. PRECISION AND ACCURACY DATA FOR ORGANIC NITROGEN, MACRO-KJELDAHL PROCEDURE

Sample	No. of Laboratories	Organic Nitrogen Concentration $\mu\text{g/L}$	Relative Standard Deviation			Relative Error		
			Nessler Finish %	Titrimetric Finish %	Calculation of Total Kjeldahl N Minus $\text{NH}_3\text{-N}$ %	Nessler Finish %	Titrimetric Finish %	Calculation of Total Kjeldahl N Minus $\text{NH}_3\text{-N}$ %
1	26	200	94.8	—	—	55.0	—	—
	29	200	—	104.4	—	—	70.0	—
	15	200	—	—	68.8	—	—	70.0
2	26	800	52.1	—	—	12.5	—	—
	31	800	—	44.8	—	—	3.7	—
	16	800	—	—	52.6	—	—	8.7
3	26	1500	43.1	—	—	9.3	—	—
	30	1500	—	54.7	—	—	22.6	—
	16	1500	—	—	45.9	—	—	4.0

No data on the precision of the macrokjeldahl-phenate method are available.

Sample 1 contained the following additional constituents: 400 mg Cl^-/L , 1.50 mg $\text{NH}_3\text{-N}/\text{L}$, 1.0 mg $\text{NO}_3^- \text{-N}/\text{L}$, 0.5 mg $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$, and 30.0 mg SiO_2/L .

Sample 2 contained the following additional constituents: 200 mg Cl^-/L , 0.8 mg $\text{NH}_3\text{-N}/\text{L}$, 1.0 mg $\text{NO}_3^- \text{-N}/\text{L}$, 5.0 mg $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$, and 15.0 mg SiO_2/L .

Sample 3 contained the following additional constituents: 10 mg Cl^-/L , 0.2 mg $\text{NH}_3\text{-N}/\text{L}$, 1.0 mg $\text{NO}_3^- \text{-N}/\text{L}$, 10.0 mg $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$, and 5.0 mg SiO_2/L .

7. Bibliography

KJELDAHL, J. 1883. A new method for the determination of nitrogen in organic matter. *Z. Anal. Chem.* 22:366.

PHELPS, E.B. 1905. The determination of organic nitrogen in sewage by the Kjeldahl process. *J. Infect. Dis.* (Suppl.) 1:225.

MEEKER, E.W. & E.C. WAGNER. 1933. Titration of ammonia in the presence of boric acid. *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 5:396.

WAGNER, E.C. 1940. Titration of ammonia in the presence of boric acid. *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 12:771.

MCKENZIE, H.A. & H.S. WALLACE. 1954. The Kjeldahl determination of nitrogen: A critical study of digestion conditions. *Aust. J. Chem.* 7:55.

MORGAN, G.B., J.B. LACKEY & F.W. GILCREAS. 1957. Quantitative determination of organic nitrogen in water, sewage, and industrial wastes. *Anal. Chem.* 29:833.

BOLTZ, D.F., ed. 1978. *Colorimetric Determination of Nonmetals*. Interscience Publishers, New York, N.Y.

420 B. Semi-Micro-Kjeldahl Method

1. General Discussion

See Section 420A.1.

2. Apparatus

a. Digestion apparatus: Use kjeldahl flasks with a capacity of 100 mL in a semi-micro-kjeldahl digestion apparatus* equipped with heating elements to accommodate kjeldahl flasks and a suction outlet to vent fumes. The heating elements should provide the temperature range of 365 to 380°C for effective digestion.

b. Distillation apparatus: Use an all-glass unit equipped with a steam-generating vessel containing an immersion heater† (Figure 420:1).

c. pH meter.

3. Reagents

All of the reagents listed for the determination of Nitrogen (Ammonia) (Section 417A.3) and Nitrogen (Organic) macro-kjeldahl (Section 420A.3) are required. Prepare all reagents and dilutions with ammonia-free water.

4. Procedure

a. Selection of sample volume: Determine the sample size from the following tabulation:

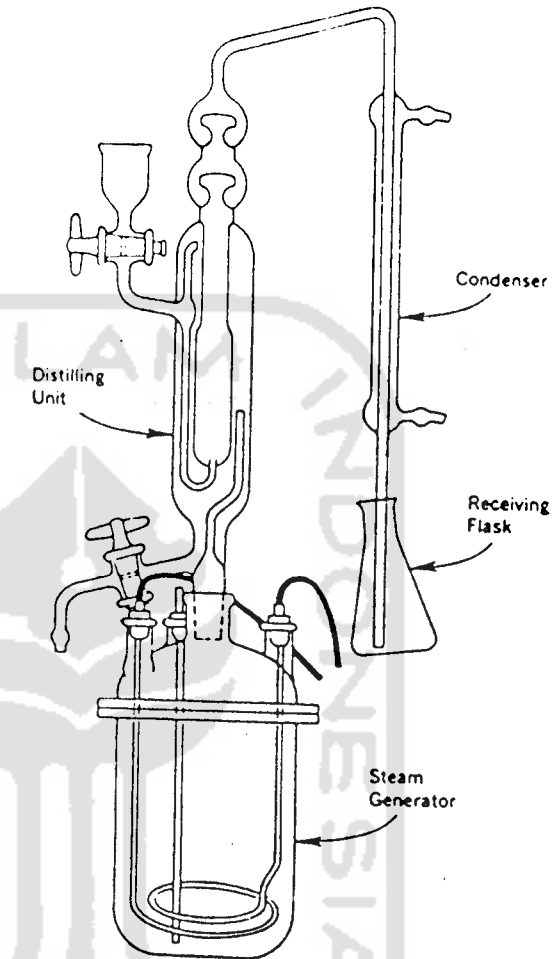


Figure 420:1. Micro-kjeldahl distillation apparatus.

Organic Nitrogen in Sample mg/L	Sample Size mL
4-40	50
8-80	25
20-200	10
40-400	5

*Rotary kjeldahl digestion unit, Kontes, Model K 551100, or equivalent.

†ASTM E-147 or equivalent.

For sludge and sediment samples weigh a portion of wet sample containing between

0.2 and 2 mg organic nitrogen in a crucible or weighing bottle. Transfer sample quantitatively to a 100-mL beaker by diluting it and rinsing the weighing dish several times with small quantities of water. Make the transfer using as small a quantity of water as possible and do not exceed a total volume of 50 mL. Measure dry weight of sample on a separate portion.

b. Ammonia removal: Pipet 50 mL sample or an appropriate volume diluted to 50 mL with water into a 100-mL beaker. Add 3 mL borate buffer and adjust to pH 9.5 with 6*N* NaOH, using a pH meter. Quantitatively transfer sample to a 100-mL kjeldahl flask and boil off 30 mL.

Alternatively, if ammonia removal is not required, digest samples directly as described in § c below. Distillation following this direct digestion yields kjeldahl nitrogen concentration rather than organic nitrogen.

c. Digestion: Carefully add 10 mL digestion reagent to kjeldahl flask containing sample. Add 5 or 6 glass beads (3- to 4-mm size) to prevent bumping during digestion. Set each heating unit on the micro-kjeldahl digestion apparatus to its medium setting and heat flasks under a hood or with suitable ejection equipment to remove fumes of SO₂. Continue to boil briskly until solution clears (becomes colorless or a pale straw color) and copious fumes are observed. Then turn each heating unit up to its maximum setting and digest for an additional 30 min. Cool. Quantitatively transfer digested sample by diluting and rinsing several times into micro-kjeldahl distillation apparatus so that total volume in distillation apparatus does not exceed 30 mL.

Add 10 mL hydroxide-thiosulfate reagent and turn on steam.

d. Distillation: Control rate of steam generation to boil contents in distillation unit so that neither escape of steam from tip of condenser nor bubbling of contents in receiving flask occurs. Distill and collect 30 to 40 mL distillate below surface of 10 mL boric acid solution contained in a 125-mL erlenmeyer flask. Use plain boric acid solution when ammonia is to be determined by nesslerization and use indicating boric acid for a titrimetric finish. Use 10 mL 0.04*N* H₂SO₄ solution for collecting distillate for the phenate, nessler, or electrode methods. Extend tip of condenser well below level of boric acid solution and do not let temperature in condenser rise above 29°C. Lower collected distillate free of contact with delivery tube and continue distillation during last 1 or 2 min to cleanse condenser.

e. Blank: Carry a reagent blank through all steps of procedure and apply necessary correction to results.

f. Final ammonia measurement: Determine ammonia by nesslerization, manual phenate, titration, or ammonia-selective electrode method.

5. Calculation

See Section 417B.5, 417C.5, 417D.5, or 417E.5.

6. Precision and Accuracy

No data on the precision and accuracy of the semi-micro-kjeldahl method are available.

7. Bibliography

See Section 420A.7.

- LANGELIER, W.F. 1946. Effect of temperature on the pH of natural water. *J. Amer. Water Works Ass.* 38:179.
- FELDMAN, I. 1956. Use and abuse of pH measurements. *Anal. Chem.* 28:1859.
- BRITTON, H.T.S. 1956. Hydrogen Ions, 4th ed. D. Van Nostrand Co., Princeton, N.J.
- KOLTHOFF, I.M. & H.A. LAITINEN. 1958. pH and Electrotitrations. John Wiley & Sons, New York, N.Y.
- KOLTHOFF, I.M. & P.J. ELVING. 1959. Treatise on Analytical Chemistry. Part I, Vol. 1, Chapter 10. Wiley-Interscience, New York, N.Y.
- BATES, R.G. 1962. Revised standard values for pH measurements from 0 to 95°C. *J. Res. Nat. Bur. Standards* 66A:179.
- AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION. 1964. Simplified Procedures for Water Examination. Manual M12, American Water Works Ass., New York, N.Y.
- WINSTEAD, M. 1967. Reagent Grade Water: How, When and Why? American Soc. Medical Technologists, The Steck Company, Austin, Tex.
- STAPLES, B.R. & R.G. BATES. 1969. Two new standards for the pH scale. *J. Res. Nat. Bur. Standards* 73A:37.
- BATES, R.G. 1973. Determination of pH, Theory and Practice, 2nd ed. John Wiley & Sons, New York, N.Y.

424 PHOSPHORUS*

Phosphorus occurs in natural waters and in wastewaters almost solely as phosphates. These are classified as orthophosphates, condensed phosphates (pyro-, meta-, and other polyphosphates), and organically bound phosphates. They occur in solution, in particles or detritus, or in the bodies of aquatic organisms.

These forms of phosphate arise from a variety of sources. Small amounts of certain condensed phosphates are added to some water supplies during treatment. Larger quantities of the same compounds may be added when the water is used for laundering or other cleaning, because these materials are major constituents of many commercial cleaning preparations. Phosphates are used extensively in the treatment of boiler waters. Orthophosphates applied to agricultural or residential cultivated land as fertilizers are carried into surface waters with storm runoff and to a lesser extent with melting snow. Organic phosphates are formed primarily by biological processes. They are contributed to sewage by body wastes and food residues, and also may be formed from orthophosphates in

biological treatment processes or by receiving water biota.

Phosphorus is essential to the growth of organisms and can be the nutrient that limits the primary productivity of a body of water. In instances where phosphate is a growth-limiting nutrient, the discharge of raw or treated wastewater, agricultural drainage, or certain industrial wastes to that water may stimulate the growth of photosynthetic aquatic micro- and macro-organisms in nuisance quantities.

Phosphates also occur in bottom sediments and in biological sludges, both as precipitated inorganic forms and incorporated into organic compounds.

1. Definition of Terms

Phosphorus analyses embody two general procedural steps: (a) conversion of the phosphorus form of interest to dissolved orthophosphate, and (b) colorimetric determination of dissolved orthophosphate. The separation of phosphorus into its various forms is defined analytically but the analytical differentiations have been selected so that they may be used for interpretive purposes.

Filtration through a 0.45- μ m-pore-diam

* Approved by Standard Methods Committee, 1981.

membrane filter separates dissolved from suspended forms of phosphorus. No claim is made that filtration through 0.45- μ m filters is a true separation of suspended and dissolved forms of phosphorus; it is merely a convenient and replicable analytical technique designed to make a gross separation.

Membrane filtration is selected over depth filtration because of the greater likelihood of obtaining a consistent separation of particle sizes. Prefiltration through a glass fiber filter may be used to increase the filtration rate.

Phosphates that respond to colorimetric tests without preliminary hydrolysis or oxidative digestion of the sample are termed "reactive phosphorus." While reactive phosphorus is largely a measure of orthophosphate, a small fraction of any condensed phosphate present usually is hydrolyzed unavoidably in the procedure. Reactive phosphorus occurs in both dissolved and suspended forms.

Acid hydrolysis at boiling-water temperature converts dissolved and particulate condensed phosphates to dissolved orthophosphate. The hydrolysis unavoidably releases some phosphate from organic compounds, but this may be reduced to a minimum by judicious selection of acid strength and hydrolysis time and temperature. The term "acid-hydrolyzable phosphorus" is preferred over "condensed phosphate" for this fraction.

The phosphate fractions that are converted to orthophosphate only by oxidation destruction of the organic matter present are considered "organic" or "organically bound" phosphorus. The severity of the oxidation required for this conversion depends on the form—and to some extent on the amount—of the organic phosphorus present. Like reactive phosphorus and acid-hydrolyzable phosphorus, organic phosphorus occurs both in the dissolved and suspended fractions.

The total phosphorus as well as the dissolved and suspended phosphorus fractions

each may be divided analytically into the three chemical types that have been described: reactive, acid-hydrolyzable, and organic phosphorus. Figure 424:1 shows the steps for analysis of individual phosphorus fractions. As indicated, determinations usually are conducted only on the unfiltered and filtered samples. Suspended fractions generally are determined by difference.

2. Selection of Method

a. Digestion methods: Because phosphorus may occur in combination with organic matter, a digestion method to determine total phosphorus must be able to oxidize organic matter effectively to release phosphorus as orthophosphate. Three digestion methods are given. The perchloric acid method, the most drastic and time-consuming method, is recommended only for particularly difficult samples such as sediments. The nitric acid-sulfuric acid method is recommended for most samples. By far the simplest method is the persulfate oxidation technique. It is recommended that this method be checked against one or more of the more drastic digestion techniques and be adopted if identical recoveries are obtained.

b. Colorimetric methods: Three methods of orthophosphate determination are described. Selection depends largely on the concentration range of orthophosphate. The vanadomolybdophosphoric acid method (D) is most useful for routine analyses in the range of 1 to 20 mg P/L. The stannous chloride method (E) or the ascorbic acid method (F) is more suited for the range of 0.01 to 6 mg P/L. An extraction step is recommended for the lower levels of this range and when interferences must be overcome. An automated version of the ascorbic acid method also is presented.

3. Precision and Accuracy

To aid in method selection, Table 424:I presents the results of various combina-

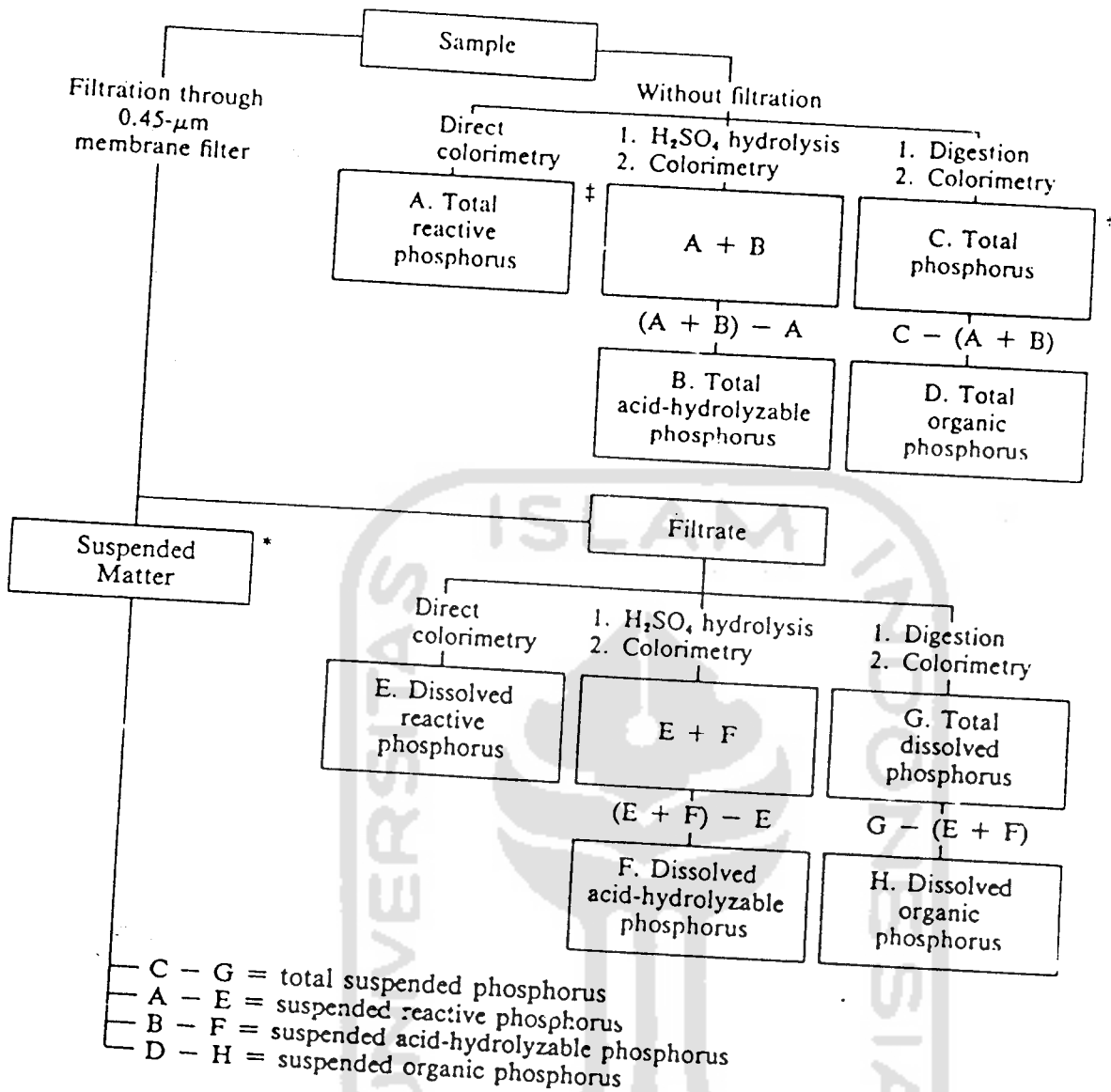


Figure 424:1. Steps for analysis of phosphate fractions.

*Direct determination of phosphorus on the membrane filter containing suspended matter will be required where greater precision than that obtained by difference is desired. Digest filter with HNO₃ and follow by percoloric acid. Then perform colorimetry.

†Total phosphorus measurements on highly saline samples may be difficult because of precipitation of large quantities of salt as a result of digestion techniques that drastically reduce sample volume. For total phosphorus analyses on such samples, directly determine total dissolved phosphorus and total suspended phosphorus and add the results.

‡When determining total dissolved or total suspended reactive phosphorus, anomalous results may be obtained on samples containing large amounts of suspended sediments. Very often results depend largely on the degree of agitation and mixing to which samples are subjected during analysis because of a time-dependent desorption of orthophosphate from the suspended particles.

TABLE 424:I. PRECISION AND ACCURACY DATA FOR MANUAL PHOSPHORUS METHODS

Method	Phosphorus Concentration			No. of Laboratories	Relative Standard Deviation %	Relative Error %
	Ortho-phosphate $\mu\text{g/L}$	Poly-phosphate $\mu\text{g/L}$	Total $\mu\text{g/L}$			
D. Vanadomolybdophosphoric acid	100			45	75.2	21.6
	600			43	19.6	10.8
	7000			44	8.6	5.4
E. Stannous chloride	100			45	25.5	28.7
	600			44	14.2	8.0
	7000			45	7.6	4.3
F. Ascorbic acid	100			3	9.1	10.0
	600			3	4.0	4.4
	7000			3	5.2	4.9
Acid hydrolysis + vanadomolybdophosphoric acid		80		37	106.8	7.4
		300		38	66.5	14.0
		3000		37	36.1	23.5
Acid hydrolysis + stannous chloride		80		39	60.1	12.5
		300		36	47.6	21.7
		3000		38	37.4	22.8
Persulfate + vanadomolybdophosphoric acid			210	32	55.8	1.6
			990	32	23.9	2.3
			10 230	31	6.5	0.3
Sulfuric-nitric acids + vanadomolybdophosphoric acid			210	23	65.6	20.9
			990	22	47.3	0.6
			10 230	20	7.0	0.4
Perchloric acid + vanadomolybdophosphoric acid			210	4	33.5	45.2
			990	5	20.3	2.6
			10 230	6	11.7	2.2
Persulfate + stannous chloride			210	29	28.1	9.2
			990	30	14.9	12.3
			10 230	29	11.5	4.3
Sulfuric-nitric acids + stannous chloride			210	20	20.8	1.2
			990	17	8.8	3.2
			10 230	19	7.5	0.4

tions of digestions, hydrolysis, and colorimetric techniques for three synthetic samples of the following compositions:

Sample 1: 100 μg orthophosphate phosphorus ($\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$)/L, 80 μg condensed phosphate phosphorus/L (sodium hexametaphosphate), 30 μg organic phosphorus/L (adenylic acid), 1.5 mg $\text{NH}_3\text{-N}$ /L, 0.5 mg $\text{NO}_3\text{-N}$ /L, and 400 mg Cl^- /L.

Sample 2: 600 μg $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ /L, 300 μg condensed phosphate phosphorus/L (sodium hexametaphosphate), 90 μg organic phosphorus/L (adenylic acid), 0.8 mg $\text{NH}_3\text{-N}$ /L, 5.0 mg $\text{NO}_3\text{-N}$ /L, and 400 mg Cl^- /L.

Sample 3: 7.00 mg $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ /L, 3.00 mg condensed phosphate phosphorus/L (sodium hexametaphosphate), 0.230 mg organic phosphorus/L (adenylic acid), 0.20 mg $\text{NH}_3\text{-N}$ /L, 0.05 mg $\text{NO}_3\text{-N}$ /L, and 400 mg Cl^- /L.

4. Sampling and Storage

If phosphorus forms are to be differentiated, filter sample immediately after collection. Preserve by freezing at or below -10°C . Add 40 mg HgCl_2 /L to the samples, especially when they are to be stored for long periods. Do not add either acid or CHCl_3 as a preservative when phosphorus forms are to be determined. If total phosphorus alone is to be determined, add 1 mL conc HCl /L or freeze without any additions.

Do not store samples containing low concentrations of phosphorus in plastic bottles unless kept in a frozen state because phosphates may be adsorbed onto the walls of plastic bottles.

Rinse all glass containers with hot dilute HCl , then rinse several times in distilled water. Never use commercial detergents containing phosphate for cleaning glassware used in phosphate analysis.

424 A. Preliminary Filtration Step

Filter samples for determination of dissolved reactive phosphorus, dissolved acid-hydrolyzable phosphorus, and total dissolved phosphorus through 0.45- μm membrane filters. A glass fiber filter may be used to prefilter hard-to-filter samples.

Wash membrane filters by soaking in distilled water before use because they may contribute significant amounts of phosphorus to samples containing low concentrations of phosphate. Use one of two washing

techniques: (a) soak 50 filters in 2 L distilled water for 24 h; (b) soak 50 filters in 2 L distilled water for 1 h, change distilled water, and soak filters an additional 3 h. Membrane filters also may be washed by running several 100-mL portions of distilled water through them. This procedure requires more frequent determination of blank values to ensure consistency in washing and to evaluate different lots of filters.

424 B. Preliminary Acid Hydrolysis Step for Acid-Hydrolyzable Phosphorus

1. Discussion

The acid-hydrolyzable phosphorus content of the sample is defined operationally as the difference between reactive phosphorus as measured in the untreated sample and phosphate found after mild acid hydrolysis. Generally, it includes condensed phosphates such as pyro-, tripoly-, and higher-molecular-weight species such as hexametaphosphate. In addition, some natural waters contain organic phosphate compounds that are hydrolyzed to orthophosphate under the test conditions. Polyphosphates generally do not respond to reactive phosphorus tests but can be hydrolyzed to orthophosphate by boiling with acid.

After hydrolysis, determine reactive phosphorus by a colorimetric method (D, E, or F). Interferences, precision, accuracy, and sensitivity will depend on the colorimetric method used.

2. Apparatus

Autoclave or pressure cooker, capable of operating at 98 to 137 kPa.

3. Reagents

a. *Phenolphthalein indicator aqueous solution*.

b. *Strong acid solution*: Slowly add 300 mL conc H_2SO_4 to about 600 mL distilled water. When cool, add 4.0 mL conc HNO_3 and dilute to 1 L.

c. *Sodium hydroxide*, NaOH, 6N.

4. Procedure

To 100-mL sample or a portion diluted to 100 mL, add 0.05 mL (1 drop) phenolphthalein indicator solution. If a red color develops, add strong acid solution dropwise, to just discharge the color. Then add 1 mL more.

Boil gently for at least 90 min, adding distilled water to keep the volume between 25 and 50 mL. Alternatively, heat for 30 min in an autoclave or pressure cooker at 98 to 137 kPa. Cool, neutralize to a faint pink color with NaOH solution, and restore to the original 100-mL volume with distilled water.

Prepare a calibration curve by carrying a series of standards containing orthophosphate (see colorimetric method D, E, or F) through the hydrolysis step. Do not use orthophosphate standards without hydrolysis, because the salts added in hydrolysis cause an increase in the color intensity in some methods.

Determine reactive phosphorus content of treated portions, using Method D, E, or F. This gives the sum of polyphosphate and orthophosphate in the sample. To calculate its content of acid-hydrolyzable phosphorus, determine reactive phosphorus in a sample portion that has not been hydrolyzed, using the same colorimetric method as for treated sample, and subtract.

24 C. Preliminary Digestion Steps for Total Phosphorus

Total phosphorus includes all orthophosphates and condensed phosphates, both dissolved and particulate, organic and inorganic. To release phosphorus from

combination with organic matter, digest and oxidize. The rigor of digestion required depends on the type of sample. The three digestion techniques presented, in order of

decreasing rigor, are perchloric acid digestion, sulfuric acid-nitric acid digestion, and persulfate digestion. Compare phosphorus recovery by each digestion technique for the specific type of sample being tested; if the less tedious persulfate method gives good phosphorus recovery, use this method.

After digestion, determine liberated orthophosphate by Method D, E, or F. The colorimetric method used, rather than the digestion procedure, governs in matters of interference and minimum detectable concentration.

I—PERCHLORIC ACID DIGESTION

1. Apparatus

- Hot plate:* A 30- × 50-cm heating surface is adequate.
- Safety shield.*
- Safety goggles.*
- Erlenmeyer flasks,* 125-mL, acid-washed and rinsed with distilled water.

2. Reagents

- Nitric acid,* HNO₃, conc.
- Perchloric acid,* HClO₄·2H₂O, purchased as 70 to 72% HClO₄, reagent-grade.
- Sodium hydroxide,* NaOH, 6*N*.
- Methyl orange indicator solution.*
- Phenolphthalein indicator aqueous solution.*

3. Procedure

CAUTION—*Heated mixtures of HClO₄ and organic matter may explode violently. Avoid this hazard by taking the following precautions: (a) Do not add HClO₄ to a hot solution that may contain organic matter. (b) Always initiate digestion of samples containing organic matter with HNO₃. Complete digestion using the mixture of HNO₃ and HClO₄. (c) Do not fume with HClO₄ in ordinary hoods. Use hoods especially constructed for HClO₄ fuming or a glass fume*

eradicator connected to a water pump. (d) Never let samples being digested with HClO₄ evaporate to dryness.*

Measure sample containing the desired amount of phosphorus (this will be determined by whether Method D, E, or F is to be used) into a 125-mL erlenmeyer flask. Acidify to methyl orange with conc HNO₃, add another 5 mL conc HNO₃, and evaporate on a steam bath or hot plate to 15 to 20 mL.

Add 10 mL each of conc HNO₃ and HClO₄ to the 125-mL conical flask, cooling the flask between additions. Add a few boiling chips, heat on a hot plate, and evaporate gently until dense white fumes of HClO₄ just appear. If solution is not clear, cover neck of flask with a watch glass and keep solution barely boiling until it clears. If necessary, add 10 mL more HNO₃ to aid oxidation.

Cool digested solution and add 1 drop aqueous phenolphthalein solution. Add 6*N* NaOH solution until the solution just turns pink. If necessary, filter neutralized solution and wash filter liberally with distilled water. Make up to 100 mL with distilled water.

Determine the PO₄³⁻-P content of the treated sample by Method D, E, or F.

Prepare a calibration curve by carrying a series of standards containing orthophosphate (see Method D, E, or F) through digestion step. Do not use orthophosphate standards without treatment.

II—SULFURIC ACID-NITRIC ACID DIGESTION

1. Apparatus

- Digestion rack:* An electrically or gas-heated digestion rack with provision for withdrawal of fumes is recommended.

*G. F. Smith Chemical Co., Columbus, Ohio, or equivalent

Digestion racks typical of those used for micro-kjeldahl digestions are suitable.

b. Micro-kjeldahl flasks.

2. Reagents

a. Sulfuric acid, H₂SO₄, conc.

b. Nitric acid, HNO₃, conc.

c. Phenolphthalein indicator aqueous solution.

d. Sodium hydroxide, NaOH, 1N.

3. Procedure

Into a micro-kjeldahl flask, measure a sample containing the desired amount of phosphorus (this is determined by the colorimetric method used). Add 1 mL conc H₂SO₄ and 5 mL conc HNO₃.

Digest to a volume of 1 mL and then continue until solution becomes colorless to remove HNO₃.

Cool and add approximately 20 mL distilled water, 0.05 mL (1 drop) phenolphthalein indicator, and as much 1N NaOH solution as required to produce a faint pink tinge. Transfer neutralized solution, filtering if necessary to remove particulate material or turbidity, into a 100-mL volumetric flask. Add filter washings to flask and adjust sample volume to 100 mL with distilled water.

Determine phosphorus by Method D, E, or F, for which a separate calibration curve has been constructed by carrying standards through the acid digestion procedure.

PERSULFATE DIGESTION METHOD

Equipment

1. Hot plate: A 30- × 50-cm heating surface is preferred.

2. Autoclave: An autoclave or pressure cooker capable of developing 98 to 137 kPa may be used in place of a hot plate.

c. Glass scoop, to hold required amounts of persulfate crystals.

2. Reagents

a. Phenolphthalein indicator aqueous solution.

b. Sulfuric acid solution: Carefully add 300 mL conc H₂SO₄ to approximately 600 mL distilled water and dilute to 1 L with distilled water.

c. Ammonium persulfate, (NH₄)₂S₂O₈, solid, or potassium persulfate, K₂S₂O₈, solid.

d. Sodium hydroxide, NaOH, 1N.

3. Procedure

Use 50 mL or a suitable portion of thoroughly mixed sample. Add 0.05 mL (1 drop) phenolphthalein indicator solution. If a red color develops, add H₂SO₄ solution dropwise to just discharge the color. Then add 1 mL H₂SO₄ solution and either 0.4 g solid (NH₄)₂S₂O₈ or 0.5 g solid K₂S₂O₈.

Boil gently on a preheated hot plate for 30 to 40 min or until a final volume of 10 mL is reached. Cool, dilute to 30 mL with distilled water, add 0.05 mL (1 drop) phenolphthalein indicator solution, and neutralize to a faint pink color with NaOH. Alternatively, heat for 30 min in an autoclave or pressure cooker at 98 to 137 kPa. Cool, add 0.05 mL (1 drop) phenolphthalein indicator solution, and neutralize to a faint pink color with NaOH. Make up to 100 mL with distilled water. In some samples a precipitate may form at this stage, but do not filter. For any subsequent subdividing of the sample, shake well. The precipitate (which is possibly a calcium phosphate) redissolves under the acid conditions of the colorimetric reactive phosphorus test. Determine phosphorus by Method D, E, or F, for which a separate calibration curve has been constructed by carrying standards through the persulfate digestion procedure.

424 D. Vanadomolybdophosphoric Acid Colorimetric Method

1. General Discussion

a. Principle: In a dilute orthophosphate solution, ammonium molybdate reacts under acid conditions to form a heteropoly acid, molybdophosphoric acid. In the presence of vanadium, yellow vanadomolybdophosphoric acid is formed. The intensity of the yellow color is proportional to phosphate concentration.

b. Interference: Positive interference is caused by silica and arsenate only if the sample is heated. Negative interferences are caused by arsenate, fluoride, thorium, bismuth, sulfide, thiosulfate, thiocyanate, or excess molybdate. Blue color is caused by ferrous iron but this does not affect results if ferrous iron concentration is less than 100 mg/L. Sulfide interference may be removed by oxidation with bromine water. Ions that do not interfere in concentrations up to 1000 mg/L are Al^{3+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Li^{+} , Na^{+} , K^{+} , NH_4^{+} , Cd^{2+} , Mn^{2+} , Pb^{2+} , Hg^{+} , Hg^{2+} , Sn^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Ag^{+} , U^{4+} , Zr^{4+} , AsO_3^{-} , Br^{-} , CO_3^{2-} , ClO_4^{-} , CN^{-} , IO_3^{-} , SiO_4^{4-} , NO_3^{-} , NO_2^{-} , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , pyrophosphate, molybdate, tetraborate, selenate, benzoate, citrate, oxalate, lactate, tartrate, formate, and salicylate. If HNO_3 is used in the test, Cl^{-} interferes at 75 mg/L.

c. Minimum detectable concentration: The minimum detectable concentration is 200 μg P/L in 1-cm spectrophotometer cells.

2. Apparatus

a. Colorimetric equipment: One of the following is required:

1) *Spectrophotometer*, for use at 400 to 490 nm.

2) *Filter photometer*, provided with a blue or violet filter exhibiting maximum transmittance between 400 and 470 nm.

The wavelength at which color intensity is measured depends on sensitivity desired, because sensitivity varies tenfold with wavelengths 400 to 490 nm. Ferric iron causes interference at low wavelengths, particularly at 400 nm. A wavelength of 470 nm usually is used. Concentration ranges for different wavelengths are:

P Range mg/L	Wavelength nm
1.0- 5.0	400
2.0-10	420
4.0-18	470

b. Acid-washed glassware: Use acid-washed glassware for determining low concentrations of phosphorus. Phosphate contamination is common because of its absorption on glass surfaces. Avoid using commercial detergents containing phosphate. Clean all glassware with hot dilute HCl and rinse well with distilled water. Preferably, reserve the glassware only for phosphate determination, and after use, wash and keep filled with water until needed. If this is done, acid treatment is required only occasionally.

*c. Filtration apparatus and filter paper.**

3. Reagents

a. Phenolphthalein indicator aqueous solution.

b. Hydrochloric acid, HCl, 1 + 1. H_2SO_4 , $HClO_4$, or HNO_3 may be substituted for HCl. The acid concentration in the determination is not critical but a final sample concentration of 0.5N is recommended.

c. Activated carbon.† Remove fine particles by rinsing with distilled water.

*Whatman No. 42 or equivalent.

†Darco G60 or equivalent.

d. Vanadate-molybdate reagent:

1) *Solution A:* Dissolve 25 g ammonium molybdate, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, in 300 mL distilled water.

2) *Solution B:* Dissolve 1.25 g ammonium metavanadate, NH_4VO_3 , by heating to boiling in 300 mL distilled water. Cool and add 330 mL conc HCl. Cool Solution B to room temperature, pour Solution A into Solution B, mix, and dilute to 1 L.

e. Standard phosphate solution: Dissolve in distilled water 219.5 mg anhydrous KH_2PO_4 and dilute to 1000 mL; 1.00 mL = 50.0 $\mu\text{g PO}_4^{3-}\text{-P}$.

4. Procedure

a. Sample pH adjustment: If sample pH is greater than 10, add 0.05 mL (1 drop) phenolphthalein indicator to 50.0 mL sample and discharge the red color with 1 + 1 HCl before diluting to 100 mL.

b. Color removal from sample: Remove excessive color in sample by shaking about 50 mL with 200 mg activated carbon in an erlenmeyer flask for 5 min and filter to remove carbon. Check each batch of carbon for phosphate because some batches produce high reagent blanks.

c. Color development in sample: Place 35 mL or less of sample, containing 0.05 to 1.0 mg P, in a 50-mL volumetric flask. Add

10 mL vanadate-molybdate reagent and dilute to the mark with distilled water. Prepare a blank in which 35 mL distilled water is substituted for the sample. After 10 min or more, measure absorbance of sample versus a blank at a wavelength of 400 to 490 nm, depending on sensitivity desired (see ¶ 2a above). The color is stable for days and its intensity is unaffected by variation in room temperature.

d. Preparation of calibration curve: Prepare a calibration curve by using suitable volumes of standard phosphate solution and proceeding as in ¶ 4c. When ferric ion is low enough not to interfere, plot a family of calibration curves of one series of standard solutions for various wavelengths. This permits a wide latitude of concentrations in one series of determinations. Analyze at least one standard with each set of samples.

5. Calculation

mg P/L =

$$\frac{\text{mg P (in 50 mL final volume)} \times 1000}{\text{mL sample}}$$

6. Precision and Accuracy

See Table 424:I.

424 E. Stannous Chloride Method

1. General Discussion

a. Principle: Molybdophosphoric acid is formed and reduced by stannous chloride to intensely colored molybdenum blue. This method is more sensitive than Method

D and makes feasible measurements down to 7 $\mu\text{g P/L}$ by use of increased light path length. Below 100 $\mu\text{g P/L}$ an extraction step may increase reliability and lessen interference.

b. Interference: See Section 424D.1b.

c. *Minimum detectable concentration:* The minimum detectable concentration is about 3 $\mu\text{g P/L}$. The sensitivity at 0.3010 absorbance is about 10 $\mu\text{g P/L}$ for an absorbance change of 0.009.

2. Apparatus

The same apparatus is required as for Method D, except that a pipetting bulb is required for the extraction step. Set spectrophotometer at 625 nm in the measurement of benzene-isobutanol extracts and at 690 nm for aqueous solutions. If the instrument is not equipped to read at 690 nm, use a wavelength of 650 nm for aqueous solutions, with somewhat reduced sensitivity and precision.

3. Reagents

a. *Phenolphthalein indicator aqueous solution.*

b. *Strong-acid solution:* Prepare as directed in Section 424B.3b.

c. *Ammonium molybdate reagent I:* Dissolve 25 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ in 175 mL distilled water. Cautiously add 280 mL conc H_2SO_4 to 400 mL distilled water. Cool, add molybdate solution, and dilute to 1 L.

d. *Stannous chloride reagent I:* Dissolve 2.5 g fresh $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in 100 mL glycerol. Heat in a water bath and stir with a glass rod to hasten dissolution. This reagent is stable and requires neither preservatives nor special storage.

e. *Standard phosphate solution:* Prepare as directed in Section 424D.3e.

f. *Reagents for extraction:*

1) *Benzene-isobutanol solvent:* Mix equal volumes of benzene and isobutyl alcohol. (CAUTION—This solvent is highly flammable.)

2) *Ammonium molybdate reagent II:* Dissolve 40.1 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ in approximately 500 mL distilled water. Slowly add 396 mL ammonium molybdate reagent I. Cool and dilute to 1 L.

3) *Alcoholic sulfuric acid solution:* Cautiously add 20 mL conc H_2SO_4 to 980 mL methyl alcohol with continuous mixing.

4) *Dilute stannous chloride reagent II:* Mix 8 mL stannous chloride reagent I with 50 mL glycerol. This reagent is stable for at least 6 months.

4. Procedure

a. *Preliminary sample treatment:* To 100 mL sample containing not more than 200 $\mu\text{g P}$ and free from color and turbidity, add 0.05 mL (1 drop) phenolphthalein indicator. If sample turns pink, add strong acid solution dropwise to discharge the color. If more than 0.25 mL (5 drops) is required, take a smaller sample and dilute to 100 mL with distilled water after first discharging the pink color with acid.

b. *Color development:* Add, with thorough mixing after each addition, 4.0 mL molybdate reagent I and 0.5 mL (10 drops) stannous chloride reagent I. Rate of color development and intensity of color depend on temperature of the final solution, each 1°C increase producing about 1% increase in color. Hence, hold samples, standards, and reagents within 2°C of one another and in the temperature range between 20 and 30°C .

c. *Color measurement:* After 10 min, but before 12 min, using the same specific interval for all determinations, measure color photometrically at 690 nm and compare with a calibration curve, using a distilled water blank. Light path lengths suitable for various concentration ranges are as follows:

Approximate P Range mg/L	Light Path cm
0.3–2	0.5
0.1–1	2
0.007–0.2	10

Always run a blank on reagents and distilled water. Because the color at first de-

velops progressively and later fades, maintain equal timing conditions for samples and standards. Prepare at least one standard with each set of samples or once each day that tests are made. The calibration curve may deviate from a straight line at the upper concentrations of the 0.3 to 2.0-mg/L range.

d. Extraction: When increased sensitivity is desired or interferences must be overcome, extract phosphate as follows: Pipet a 40-mL sample, or one diluted to that volume, into a 125-mL separatory funnel. Add 50.0 mL benzene-isobutanol solvent and 15.0 mL molybdate reagent II. Close funnel at once and shake vigorously for exactly 15 s. If condensed phosphate is present, any delay will increase its conversion to orthophosphate. Remove stopper and withdraw 25.0 mL of separated organic layer, using a pipet with safety bulb. Transfer to a 50-mL volumetric flask, add 15 to 16 mL alcoholic H_2SO_4 solution, swirl, add 0.50 mL (10 drops) dilute stannous chloride reagent II, swirl, and dilute to the mark with alcoholic H_2SO_4 . Mix thor-

oughly. After 10 min, but before 30 min, read against the blank at 625 nm. Prepare blank by carrying 40 mL distilled water through the same procedure used for the sample. Read phosphate concentration from a calibration curve prepared by taking known phosphate standards through the same procedure used for samples.

5. Calculation

Calculate as follows:

a. Direct procedure:

$$\text{mg P/L} = \frac{\text{mg P (in approximately 104.5 mL final volume)} \times 1000}{\text{mL sample}}$$

b. Extraction procedure:

$$\text{mg P/L} = \frac{\text{mg P (in 50 mL final volume)} \times 1000}{\text{mL sample}}$$

6. Precision and Accuracy

See Table 424:I.

424 F. Ascorbic Acid Method

1. General Discussion

a. Principle: Ammonium molybdate and potassium antimonyl tartrate react in acid medium with orthophosphate to form a heteropoly acid—phosphomolybdic acid—that is reduced to intensely colored molybdenum blue by ascorbic acid.

b. Interference: Arsenates react with the molybdate reagent to produce a blue color similar to that formed with phosphate. Concentrations as low as 0.1 mg As/L interfere with the phosphate determination. Hexavalent chromium and NO_2^- interfere to give results about 3% low at concentrations of 1 mg/L and 10 to 15% low at 10

mg/L. Sulfide (Na_2S) and silicate do not interfere at concentrations of 1.0 and 10 mg/L.

c. Minimum detectable concentration: Approximately 10 $\mu\text{g P/L}$. P ranges are as follows:

Approximate P Range mg/L	Light Path cm
0.30–2.0	0.5
0.15–1.30	1.0
0.01–0.25	5.0

2. Apparatus

a. *Colorimetric equipment:* One of the following is required:

1) *Spectrophotometer,* with infrared phototube for use at 880 nm, providing a light path of 2.5 cm or longer.

2) *Filter photometer,* equipped with a red color filter and a light path of 0.5 cm or longer.

b. *Acid-washed glassware:* See Section 424D.2b.

3. Reagents

a. *Sulfuric acid, H₂SO₄, 5N:* Dilute 70 mL conc H₂SO₄ to 500 mL with distilled water.

b. *Potassium antimonyl tartrate solution:* Dissolve 1.3715 g K(SbO)C₄H₄O₆ · 1/2H₂O in 400 mL distilled water in a 500-mL volumetric flask and dilute to volume. Store in a glass-stoppered bottle.

c. *Ammonium molybdate solution:* Dissolve 20 g (NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O in 500 mL distilled water. Store in a glass-stoppered bottle.

d. *Ascorbic acid, 0.01M:* Dissolve 1.76 g ascorbic acid in 100 mL distilled water. The solution is stable for about 1 week at 4°C.

e. *Combined reagent:* Mix the above reagents in the following proportions for 100 mL of the combined reagent: 50 mL 5N H₂SO₄, 5 mL potassium antimonyl tartrate solution, 15 mL ammonium molybdate solution, and 30 mL ascorbic acid solution. *Mix after addition of each reagent.* Let all reagents reach room temperature before they are mixed and mix in the order given. If turbidity forms in the combined reagent, shake and let stand for a few minutes until turbidity disappears before proceeding. The reagent is stable for 4 h.

f. *Stock phosphate solution:* See Section 424D.3e.

g. *Standard phosphate solution:* Dilute 50.0 mL stock phosphate solution to 1000 mL with distilled water; 1.00 mL = 2.50 μg P.

4. Procedure

a. *Treatment of sample:* Pipet 50.0 mL sample into a clean, dry test tube or 125-mL erlenmeyer flask. Add 0.05 mL (1 drop) phenolphthalein indicator. If a red color develops add 5N H₂SO₄ solution dropwise to just discharge the color. Add 8.0 mL combined reagent and mix thoroughly. After at least 10 min but no more than 30 min, measure absorbance of each sample at 880 nm, using reagent blank as the reference solution.

b. *Correction for turbidity or interfering color:* Natural color of water generally does not interfere at the high wavelength used. For highly colored or turbid waters, prepare a blank by adding all reagents except ascorbic acid and antimonyl potassium tartrate to the sample. Subtract blank absorbance from absorbance of each sample.

c. *Preparation of calibration curve:* Prepare individual calibration curves from a series of six standards within the phosphate ranges indicated in Section 424F.1c. Use a distilled water blank with the combined reagent to make photometric readings for the calibration curve. Plot absorbance vs. phosphate concentration to give a straight line passing through the origin. Test at least one phosphate standard with each set of samples.

5. Calculation

$$\text{mg P/L} = \frac{\text{mg P (in approximately 58 mL final volume)} \times 1000}{\text{mL sample}}$$

6. Precision and Accuracy

The precision and accuracy values given in Table 424:I are for a single-solution procedure given in the 13th edition. Procedure 424F differs in reagent-to-sample ratios, no addition of solvent, and acidity conditions.

It is superior in precision and accuracy to both distilled water and river water at the the previous technique in the analysis of 228- μg P/L level (Table 424:II).

TABLE 424:II. COMPARISON OF PRECISION AND ACCURACY OF ASCORBIC ACID METHODS

Ascorbic Acid Method	Phosphorus Concentration, Dissolved Orthophosphate $\mu\text{g/L}$	No. of Laboratories	Relative Standard Deviation %		Relative Error %	
			Distilled Water	River Water	Distilled Water	River Water
13th Edition (Edwards, Molof, and Schneeman)	228	8	3.87	2.17	4.01	2.08
Current method (Murphy and Riley)	228	8	3.03	1.75	2.38	1.39

424 G. Automated Ascorbic Acid Reduction Method*

1. General Discussion

a. Principle: Ammonium molybdate and potassium antimonyl tartrate react with orthophosphate in an acid medium to form an antimony-phosphomolybdate complex, which, on reduction with ascorbic acid, yields an intense blue color suitable for photometric measurement.

b. Interferences: As much as 50 mg Fe^{3+}/L , 10 mg Cu/L , and 10 mg SiO_2/L can be tolerated. High silica concentrations cause positive interference.

In terms of phosphorus, the results are high by 0.005, 0.015, and 0.025 mg/L for silica concentrations of 20, 50, and 100 mg/L, respectively. Salt concentrations up to 20% (w/v) cause an error of less than 1%.

Arsenate (AsO_4^{3-}) is a positive interference.

Eliminate interference from NO_2^- and S^{2-} by adding an excess of bromine water or a saturated potassium permanganate (KMnO_4) solution. Remove interfering turbidity by filtration before analysis. Filter samples for total or total hydrolyzable phosphorus only after digestion. Sample color that absorbs in the photometric range used for analysis also will interfere. See also Section 424F.1b.

c. Application: Orthophosphate can be determined in potable, surface, and saline waters as well as domestic and industrial wastewaters over a range of 0.001 to 10.0 mg P/L when photometric measurements are made at 650 to 660 or 880 nm in a 15-mm or 50-mm tubular flow cell. Determine higher concentrations by diluting sample.

*Approved by Standard Methods Committee 1985.

Although the automated test is designed for orthophosphate only, other phosphorus compounds can be converted to this reactive form by various sample pretreatments described in Sections 424A, B, and C.III.

ponents shown in Figure 424:2. A flow cell of 15 or 50 mm and a filter of 650 to 660 or 880 nm may be used.

b. *Hot plate or autoclave.*

c. *Acid-washed glassware:* See Section 424D.2b.

2. Apparatus

a. *Automated analytical equipment:* The required continuous-flow analytical instrument† consists of the interchangeable com-

†AutoAnalyzer™ II, Technicon Instrument Co., Tarrytown, N.Y. 10591, or equivalent.

3. Reagents

a. *Potassium antimonyl tartrate solution:* Dissolve 0.3 g $K(SbO)C_2H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$ in approximately 50 mL distilled water and dilute to 100 mL. Store at 4°C in a dark, glass-stoppered bottle.

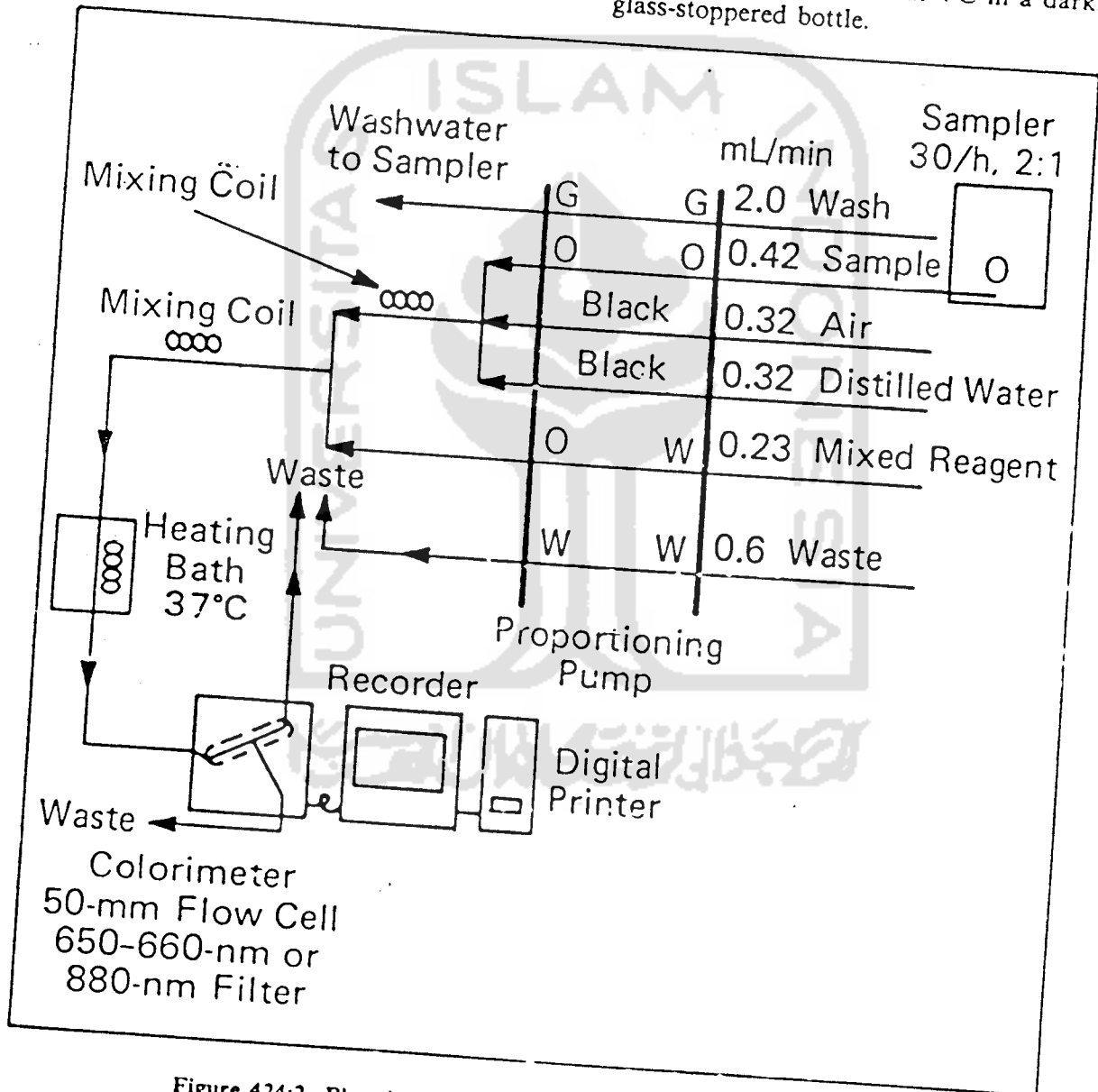


Figure 424:2. Phosphate manifold for automated analytical system.

b. *Ammonium molybdate solution*: Dissolve 4 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ in 100 mL distilled water. Store in a plastic bottle at 4°C.

c. *Ascorbic acid solution*: See Section 424F.3d.

d. *Combined reagent*: See Section 424F.3e.

e. *Dilute sulfuric acid solution*: Slowly add 140 mL conc H_2SO_4 to 600 mL distilled water. When cool, dilute to 1 L.

f. *Ammonium persulfate*, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, crystalline.

g. *Phenolphthalein indicator aqueous solution*.

h. *Stock phosphate solution*: Dissolve 439.3 mg anhydrous KH_2PO_4 , dried for 1 h at 105°C, in distilled water and dilute to 1000 mL; 1.00 mL = 100 μg P.

i. *Intermediate phosphate solution*: Dilute 100.0 mL stock phosphate solution to 1000 mL with distilled water; 1.00 mL = 10.0 μg P.

j. *Standard phosphate solutions*: Prepare a suitable series of standards by diluting appropriate volumes of intermediate phosphate solution.

4. Procedure

Set up manifold as shown in Figure 424:2 and follow the general procedure described by the manufacturer.

Add 0.05 mL (1 drop) phenolphthalein indicator solution to approximately 50 mL sample. If a red color develops, add H_2SO_4 (§ 3e) dropwise to just discharge the color.

5. Calculation

Prepare standard curves by plotting peak heights of standards processed through the manifold against P concentration in standards. Compute sample P concentration by comparing sample peak height with standard curve.

6. Precision and Accuracy

Six samples were analyzed in a single laboratory in septuplicate. At an average PO_4^{3-} concentration of 0.340 mg/L, the average deviation was 0.015 mg/L. The coefficient of variation was 6.2%. In two samples with added PO_4^{3-} , recoveries were 89 and 96%.

424 H. Bibliography

- KITSON, R.E. & M.G. MELLON. 1944. Colorimetric determination of phosphorus as molybdovanadophosphoric acid. *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 16:379.
- BOLTZ, D.F. & M.G. MELLON. 1947. Determination of phosphorus, germanium, silicon, and arsenic by the heteropoly blue method. *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 19:873.
- GREENBERG, A.E., L.W. WEINBERGER & C.N. SAWYER. 1950. Control of nitrite interference in colorimetric determination of phosphorus. *Anal. Chem.* 22:499.
- CHENG, R.S. & J. GOLDFINE. 1950. Determination of hexametaphosphate in water after threshold treatment. *Ind. Chem.* 26:13.
- GRISWOLD, B.L., F.L. HUMOLLER & A.R. MCINTYRE. 1951. Inorganic phosphates and phosphate esters in tissue extracts. *Anal. Chem.* 23:192.
- BOLTZ, D.F., ed. 1958. *Colorimetric Determination of Nonmetals*. Interscience Publishers, New York, N.Y.
- AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION. 1958. Committee report. Determination of orthophosphate, hydrolyzable phosphate, and total phosphate in surface waters. *J. Amer. Water Works Ass.* 50:1563.
- JACKSON, M.L. 1958. *Soil Chemical Analysis*. Prentice-Hall, Englewood Cliffs, N.J.
- SLETTEN, O. & C.M. BACH. 1961. Modified stannous chloride reagent for orthophosphate determination. *J. Amer. Water Works Ass.* 53:1031.
- MURPHY, J. & J. RILEY. 1962. A modified single