

Air dan air limbah – Bagian 26 : Cara uji kadar padatan total secara gravimetri

Daftar isi

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

Prakata

SNI ini merupakan hasil kaji ulang pasal 3.5 dari SNI 06-2413-1991, *Metode pengujian kualitas fisika air* pasal tentang *Residu total*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998), 2540 B Total Solids Dried at 103°C - 105°C and 2540 E Fixed and Volatile Solids Ignited at 550°C, editor L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC. Metode ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, Panitia Teknis *Sistem Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 3 – 4 November 2004 di Depok.

Air dan air limbah – Bagian 26 : Cara uji kadar padatan total secara gravimetri

1 Ruang lingkup

Cara uji untuk menentukan kadar padatan total dalam air dan air limbah, termasuk padatan total yang menguap dan padatan total yang terikat. Dalam pengujiannya, penimbangan padatan total tidak boleh lebih dari 200 mg.

2 Istilah dan definisi

2.1

berat tetap

berat penimbangan dengan perbedaan hasil lebih kecil dari 4% dibandingkan penimbangan sebelumnya

2.2

contoh uji

air atau air limbah untuk keperluan pemeriksaan kualitas air

2.3

padatan total

semua bahan yang terdapat dalam contoh air setelah dipanaskan 103°C sampai dengan 105°C selama tidak kurang dari 1 jam

2.4

padatan total yang menguap

padatan total yang menghilang setelah pemanasan pada suhu 550°C selama tidak kurang dari 15 menit

2.5

padatan total yang terikat

padatan total yang tersisa setelah pemanasan pada suhu 550°C tidak kurang dari 15 menit

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Penguapan contoh uji pada suhu 103°C sampai dengan 105°C kemudian timbang hingga berat tetap.

3.2 Peralatan

- a) neraca analitik;
- b) cawan terbuat dari porselen atau platina atau silika;
- c) desikator;
- d) oven;
- e) tanur;
- f) penjepit kertas saring;
- g) penjepit cawan;
- h) alat penyaring yang dilengkapi dengan pompa penghisap;
- i) penangas air; dan
- j) pipet.

3.3 Persiapan cawan

- a) masukkan cawan ke oven pada suhu 103°C sampai dengan 105°C selama 1 jam;
- b) keluarkan cawan dari oven dan dinginkan dalam desikator;
- c) segera timbang dengan neraca analitik;
- d) ulangi langkah 3.3.a) sampai c) sehingga diperoleh berat tetap (catat sebagai $A_1(g)$);
- e) Jika ingin menguji total solid yang menguap, maka masukkan cawan ke dalam tanur pada suhu 550°C selama 60 menit;
- f) keluarkan cawan dari tanur dan biarkan pada suhu kamar;
- g) dinginkan dalam desikator, segera timbang dengan neraca analitik (catat sebagai $A_2(g)$).

3.4 Pengujian padatan total

- a) kocok contoh uji sampai homogen;
- b) pipet 50 mL sampai dengan 100 mL contoh uji, masukkan ke dalam cawan. Volume contoh uji ini disesuaikan agar padatan tersuspensi yang ditimbang tidak lebih besar dari 200 mg;
- c) uapkan contoh uji yang ada dalam cawan sehingga kering pada penangas air;
- d) masukkan cawan yang berisi padatan total yang sudah kering ke dalam oven pada suhu 103°C - 105°C selama tidak kurang dari 1 jam;
- e) pindahkan cawan dari oven dengan penjepit dan dinginkan dalam desikator;
- f) keluarkan cawan dari desikator dan segera timbang dengan neraca analitik;
- g) ulangi langkah f) sehingga diperoleh berat tetap (catat sebagai B (g)).

3.5 Pengujian padatan total yang menguap

- a) lanjutkan langkah 3.4.g) dengan memanaskan cawan yang berisi padatan total yang sudah ditimbang di dalam tanur pada suhu 550°C selama 15 sampai 20 menit;
- b) keluarkan cawan dari tanur dan biarkan pada suhu kamar;
- c) dinginkan dalam desikator dan segera timbang dengan neraca analitik;
- d) ulangi langkah 3.5.a) sampai c) sehingga diperoleh berat tetap (catat sebagai C (g)).

3.6 Perhitungan

3.6.1 Kadar padatan total

$$\text{Kadar padatan total (mg/L)} = \frac{(B - A_1) \times 10^6}{\text{mL contoh uji}}$$

dengan pengertian:

B adalah berat tetap (g) cawan berisi padatan total setelah pemanasan 103°C - 105°C;

A_1 adalah berat tetap (g) cawan kosong setelah pemanasan 103°C - 105°C;

3.6.2 Kadar padatan total yang terikat

$$\text{Kadar padatan total yang terikat (mg/L)} = \frac{(C - A_2) \times 10^6}{\text{mL contoh uji}}$$

dengan pengertian:

C adalah berat tetap (g) cawan berisi padatan total setelah pembakaran 550°C.

A_2 adalah berat tetap (g) cawan kosong setelah pembakaran 550°C;

3.6.3 Kadar padatan total yang menguap

Kadar padatan total yang menguap (mg/L) =
kadar padatan total (mg/L) – kadar padatan total yang terikat (mg/L)

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- a) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- b) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- c) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

4.2 Pengendalian mutu

- a) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.
- b) Perbedaan kadar yang diperoleh pada penetapan duplo harus kurang dari 5%. Apabila diperoleh kadar lebih dari 5% pengujian harus diulangi, apabila perbedaan kadarnya lebih kecil atau sama dengan 5% hasilnya dirata-ratakan.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi

Buat *control chart* untuk akurasi analisis.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analisis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
- 5) Nomor contoh uji.
- 6) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 7) Kadar padatan total contoh uji.

Bibliografi

L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998), 2540 B Total Solids Dried at 103°C - 105°C and 2540 E Fixed and Volatile Solids Ignited at 550°C, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC.

**Air dan air limbah- Bagian 3: Cara uji
padatan tersuspensi total (*Total
Suspended Solid, TSS*) secara
gravimetri**

Daftar isi

| | |
|--|----|
| Daftar isi | i |
| Prakata | ii |
| 1 Ruang lingkup | 1 |
| 2 Istilah dan definisi..... | 1 |
| 3 Cara uji..... | 1 |
| 3.1 Prinsip..... | 1 |
| 3.2 Bahan | 1 |
| 3.3 Peralatan | 1 |
| 3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji..... | 2 |
| 3.5 Persiapan pengujian | 2 |
| 3.6 Prosedur | 2 |
| 3.7 Perhitungan | 3 |
| 4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu..... | 3 |
| 4.1 Jaminan mutu | 3 |
| 4.2 Pengendalian mutu..... | 3 |
| 5 Rekomendasi..... | 4 |
| Lampiran A Pelaporan | 5 |
| Bobliografi..... | 6 |

Prakata

Dalam rangka menyeragamkan teknik pengujian kualitas air dan air limbah sebagaimana telah ditetapkan dalam Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air, Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 02 Tahun 1988 tentang Baku Mutu Air dan Nomor 37 Tahun 2003 tentang Metode Analisis Pengujian Kualitas air Permukaan dan Pengambilan Contoh Air Permukaan, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia SNI 06-6989.3-2004, *Air dan air limbah – Bagian 3: Cara uji padatan tersuspensi total (Total Suspended Solid, TSS) secara gravimetri*. SNI ini diterapkan untuk pengujian parameter- parameter kualitas air dan air limbah sebagaimana yang tercantum didalam Keputusan Menteri tersebut.

Metode ini merupakan hasil revisi dari butir 3.6 pada SNI 06-2413-1991, *Metode pengujian kualitas fisika air*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*. Metode ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta di konsensuskan oleh Subpanitia Teknis Kualitas Air dari Panitia Teknis 207S, *Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 30 Januari 2004 di Serpong, Tangerang – Banten.

Oleh karena SNI 06-6989.3 -2004 merupakan revisi dari butir 3.6 pada SNI 06- 2413-1991, maka dengan ditetapkannya SNI ini, penerapan butir 3.6 pada SNI 06-2413-1991 dinyatakan tidak berlaku lagi. Adapun butir-butir lainnya sepanjang belum direvisi masih dinyatakan berlaku. Pemakai SNI agar dapat meneliti validitas SNI yang terkait dengan metode pengujian kualitas fisika air, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.

Air dan air limbah- Bagian 3: Cara uji padatan tersuspensi total (*Total Suspended Solid, TSS*) secara gravimetri

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk menentukan residu tersuspensi yang terdapat dalam contoh uji air dan air limbah secara gravimetri. Metode ini tidak termasuk penentuan bahan yang mengapung, padatan yang mudah menguap dan dekomposisi garam mineral.

2 Istilah dan definisi

2.1

padatan tersuspensi total (TSS)

residu dari padatan total yang tertahan oleh saringan dengan ukuran partikel maksimal 2 μ m atau lebih besar dari ukuran partikel koloid

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Contoh uji yang telah homogen disaring dengan kertas saring yang telah ditimbang. Residu yang tertahan pada saringan dikeringkan sampai mencapai berat konstan pada suhu 103°C sampai dengan 105°C. Kenaikan berat saringan mewakili padatan tersuspensi total (TSS). Jika padatan tersuspensi menghambat saringan dan memperlama penyaringan, diameter pori-pori saringan perlu diperbesar atau mengurangi volume contoh uji. Untuk memperoleh estimasi TSS, dihitung perbedaan antara padatan terlarut total dan padatan total.

3.2 Bahan

- a) Kertas saring (*glass-fiber filter*) dengan beberapa jenis:
 - 1) Whatman Grade 934 AH, dengan ukuran pori (*Particle Retention*) 1,5 μ m (*Standar for TSS in water analysis*).
 - 2) Gelman type A/E, dengan ukuran pori (*Particle Retention*) 1,0 μ m (*Standar filter for TSS/TDS testing in sanitary water analysis procedures*).
 - 3) E-D Scientific Specialities grade 161 (VWR brand grade 161) dengan ukuran pori (*Particle Retention*) 1,1 μ m (*Recommended for use in TSS/TDS testing in water and wastewater*).
 - 4) Saringan dengan ukuran pori 0,45 μ m.

- b) Air suling.

3.3 Peralatan

- a) desikator yang berisi silika gel;
- b) oven, untuk pengoperasian pada suhu 103°C sampai dengan 105°C;
- c) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- d) pengaduk magnetik;
- e) pipet volum;

SNI 06-6989.3-2004

- f) gelas ukur;
- g) cawan aluminium;
- h) cawan porselen/cawan *Gooch*;
- i) penjepit;
- j) kaca arloji; dan
- k) pompa vacum.

3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

3.4.1 Persiapan contoh uji

Gunakan wadah gelas atau botol plastik polietilen atau yang setara.

3.4.2 Pengawetan contoh

Awetkan contoh uji pada suhu 4°C, untuk meminimalkan dekomposisi mikrobiologikal terhadap padatan. Contoh uji sebaiknya disimpan tidak lebih dari 24 jam.

3.4.3 Pengurangan gangguan

- a) Pisahkan partikel besar yang mengapung.
- b) Residu yang berlebihan dalam saringan dapat mengering membentuk kerak dan menjebak air, untuk itu batasi contoh uji agar tidak menghasilkan residu lebih dari 200 mg.
- c) Untuk contoh uji yang mengandung padatan terlarut tinggi, bilas residu yang menempel dalam kertas saring untuk memastikan zat yang terlarut telah benar-benar dihilangkan.
- d) Hindari melakukan penyaringan yang lebih lama, sebab untuk mencegah penyumbatan oleh zat koloidal yang terperangkap pada saringan.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan kertas saring atau cawan *Gooch*

- a) Letakkan kertas saring pada peralatan filtrasi. Pasang vakum dan wadah pencuci dengan air suling berlebih 20 mL. Lanjutkan penyedotan untuk menghilangkan semua sisa air, matikan vakum, dan hentikan pencucian.
- b) Pindahkan kertas saring dari peralatan filtrasi ke wadah timbang aluminium. Jika digunakan cawan *Gooch* dapat langsung dikeringkan..
- c) Keringkan dalam oven pada suhu 103°C sampai dengan 105°C selama 1 jam, dinginkan dalam desikator kemudian timbang.
- d) Ulangi langkah pada butir c) sampai diperoleh berat konstan atau sampai perubahan berat lebih kecil dari 4% terhadap penimbangan sebelumnya atau lebih kecil dari 0,5 mg.

3.6 Prosedur

- a) Lakukan penyaringan dengan peralatan vakum. Basahi saringan dengan sedikit air suling.
- b) Aduk contoh uji dengan pengaduk magnetik untuk memperoleh contoh uji yang lebih homogen.
- c) Pipet contoh uji dengan volume tertentu, pada waktu contoh diaduk dengan pengaduk magnetik

- d) Cuci kertas saring atau saringan dengan 3 x 10 mL air suling, biarkan kering sempurna, dan lanjutkan penyaringan dengan vakum selama 3 menit agar diperoleh penyaringan sempurna. Contoh uji dengan padatan terlarut yang tinggi memerlukan pencucian tambahan.
- e) Pindahkan kertas saring secara hati-hati dari peralatan penyaring dan pindahkan ke wadah timbang aluminium sebagai penyangga. Jika digunakan cawan Gooch pindahkan cawan dari rangkaian alatnya.
- f) Keringkan dalam oven setidaknya selama 1 jam pada suhu 103°C sampai dengan 105°C, dinginkan dalam desikator untuk menyeimbangkan suhu dan timbang.
- g) Ulangi tahapan pengeringan, pendinginan dalam desikator, dan lakukan penimbangan sampai diperoleh berat konstan atau sampai perubahan berat lebih kecil dari 4% terhadap penimbangan sebelumnya atau lebih kecil dari 0,5 mg.

CATATAN 1 Jika filtrasi sempurna membutuhkan waktu lebih dari 10 menit, perbesar diameter kertas saring atau kurangi volume contoh uji.

CATATAN 2 Ukur volume contoh uji yang menghasilkan berat kering residu 2,5 mg sampai dengan 200 mg. Jika volume yang disaring tidak memenuhi hasil minimum, perbesar volume contoh uji sampai 1000 mL.

3.7 Perhitungan

$$\text{mg TSS per liter} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{Volume contoh uji, mL}}$$

dengan pengertian:

A adalah berat kertas saring + residu kering, mg;

B adalah berat kertas saring, mg.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- a) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- a) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- b) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- c) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu simpan maksimum 24 jam

4.2 Pengendalian mutu

- a) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
- b) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis. Perbedaan persen relatif (*Relative Percent Different* atau RPD) terhadap dua penentuan (replikasi) adalah di bawah 5%, dengan menggunakan persamaan berikut:

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

dengan pengertian:

X₁ adalah kandungan padatan tersuspensi pada penentuan pertama;

SNI 06-6989.3-2004

X_2 adalah kandungan padatan tersuspensi pada penentuan ke dua.

Bila nilai RPD lebih besar 5%, penentuan ini harus diulang

5 Rekomendasi

Cantumkan jenis atau ukuran saringan/pori kertas saring yang digunakan.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut.

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analisis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Nomor contoh uji.
- 5) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 6) Perhitungan.
- 7) Hasil pengukuran duplo.
- 8) Kadar Padatan Tersuspensi dalam contoh uji.

Bibliografi

Lenore S.Clesceri et al. "*Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*", 20th Edition, 1998, Metode 2540 D (*Total Suspended Solids Dried at 103⁰C -105⁰C*).

**Air dan air limbah – Bagian 2: Cara uji
kebutuhan oksigen kimiawi (KOK)
dengan refluks tertutup secara
spektrofotometri**

Daftar isi

| | |
|--|----|
| Daftar isi | i |
| Prakata | ii |
| 1 Ruang lingkup | 1 |
| 2 Istilah dan definisi..... | 1 |
| 3 Cara uji..... | 2 |
| 3.1 Prinsip..... | 2 |
| 3.2 Bahan | 2 |
| 3.3 Peralatan | 3 |
| 3.4 Keselamatan kerja | 3 |
| 3.5 Persiapan dan pengawetan contoh uji..... | 3 |
| 3.6 Persiapan pengujian | 4 |
| 3.7 Prosedur | 4 |
| 3.8 Perhitungan | 4 |
| 4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu..... | 4 |
| 4.1 Jaminan mutu | 4 |
| 4.2 Pengendalian mutu..... | 5 |
| 5 Rekomendasi..... | 5 |
| Lampiran A Pelaporan | 6 |
| Bibliografi | 7 |

Prakata

Dalam rangka menyeragamkan teknik pengujian kualitas air dan air limbah sebagaimana telah ditetapkan dalam Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air, Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 02 Tahun 1988 tentang Baku Mutu Air dan Nomor 37 Tahun 2003 tentang Metode Analisis Pengujian Kualitas air Permukaan dan Pengambilan Contoh Air Permukaan, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air dan air limbah sebagaimana yang tercantum didalam Keputusan Menteri tersebut.

Metode ini merupakan hasil kaji ulang dari SNI yang telah kadaluarsa dan menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*. Metode ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis Kualitas Air dari Panitia Teknis 207S, *Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 30 Januari 2004 di Serpong, Tangerang – Banten.

Metode ini berjudul *Air dan air limbah – Bagian 2: Cara uji kebutuhan oksigen kimiawi (KOK) dengan refluks tertutup secara spektrofotometri* yang merupakan revisi dari SNI 06-2504-1991 dengan judul *Metode pengujian kadar kebutuhan oksigen kimiawi dalam air dengan dengan alat refluks tertutup*.

Air dan air limbah – Bagian 2: Cara uji kebutuhan oksigen kimiawi (KOK) dengan refluks tertutup secara spektrofotometri

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk pengujian kebutuhan oksigen kimiawi (KOK) dalam air dan air limbah dengan reduksi $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ secara spektrofotometri pada kisaran nilai KOK 100 mg/L sampai dengan 900 mg/L pada panjang gelombang 600 nm dan nilai KOK lebih kecil 100 mg/L pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 420 nm.

Metode ini digunakan untuk contoh uji air dan air limbah dan tidak berlaku bagi air limbah yang mengandung ion klorida lebih besar dari 2000 mg/L.

2 Istilah dan definisi

2.1

larutan induk

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

2.2

larutan baku

larutan induk yang diencerkan dengan air suling bebas organik, dan mempunyai nilai KOK 500 mg/L

2.3

larutan kerja

larutan baku yang diencerkan dengan air suling bebas organik, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi dan mempunyai kisaran nilai KOK: 0,0 mg/L; 100 mg/L ; 200 mg/L; 300mg/L; 400mg/L

2.4

larutan blanko atau air suling bebas organik

adalah air suling yang tidak mengandung organik atau mengandung organik dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi

2.5

kurva kalibrasi

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

2.6

blind sample

larutan baku dengan kadar tertentu

2.7

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

2.8

SRM (Standard Reference Material)

bahan standar yang tertelusur ke sistem nasional

2.9

CRM (Certified Reference Material)

bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

4 Cara uji

c) 1 Prinsip

KOK (*Chemical Oxygen Demand = COD*) adalah jumlah oksidan $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ yang bereaksi dengan contoh uji dan dinyatakan sebagai mg O_2 untuk tiap 1000 mL contoh uji.

Senyawa organik dan anorganik, terutama organik dalam contoh uji dioksidasi oleh $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ dalam refluks tertutup menghasilkan Cr^{3+} . Jumlah oksidan yang dibutuhkan dinyatakan dalam ekuivalen oksigen (O_2 mg /L) diukur secara spektrofotometri sinar tampak. $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ kuat mengabsorpsi pada panjang gelombang 400 nm dan Cr^{3+} kuat mengabsorpsi pada panjang gelombang 600 nm.

Untuk nilai KOK 100 mg/L sampai dengan 900 mg/L ditentukan kenaikan Cr^{3+} pada panjang gelombang 600 nm. Pada contoh uji dengan nilai KOK yang lebih tinggi, dilakukan pengenceran terlebih dahulu sebelum pengujian. Untuk nilai KOK lebih kecil atau sama dengan 90 mg/L ditentukan pengurangan konsentrasi $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ pada panjang gelombang 420 nm.

3.2 Bahan

- f) Air suling bebas klorida dan bebas organik.
- g) Larutan pencerna (*digestion solution*) pada kisaran konsentrasi tinggi.
Tambahkan 10,216 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang telah dikeringkan pada suhu 150°C selama 2 jam ke dalam 500 ml air suling. Tambahkan 167 mL H_2SO_4 pekat dan 33,3 g HgSO_4 . Larutkan, dan dinginkan pada suhu ruang dan encerkan sampai 1000 mL.
- h) Larutan pencerna (*digestion solution*) pada kisaran konsentrasi rendah.
Tambahkan 1,022 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang telah dikeringkan pada suhu 150°C selama 2 jam ke dalam 500 mL air suling. Tambahkan 167 mL H_2SO_4 pekat dan 33,3 g HgSO_4 . Larutkan, dan dinginkan pada suhu ruang dan encerkan sampai 1000 mL.
- i) Larutan pereaksi asam sulfat
Tambahkan serbuk atau kristal Ag_2SO_4 teknis ke dalam H_2SO_4 pekat dengan perbandingan 5,5 g Ag_2SO_4 untuk tiap satu kg H_2SO_4 pekat atau 10,12 g Ag_2SO_4 untuk tiap 1000 mL H_2SO_4 pekat. Biarkan 1 jam sampai dengan 2 jam sampai larut, aduk.
- j) Asam sulfamat ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$).
Digunakan jika gangguan nitrit akan dihilangkan. Tambahkan 10 mg asam sulfamat untuk setiap mg NO_2^- N yang ada dalam contoh uji.
- k) Larutan standar kalium hidrogen phtalat, $\text{HOCC}_6\text{H}_4\text{COOK}$ (KHP).
Gerus perlahan KHP lalu keringkan sampai berat konstan pada suhu 110°C . Larutkan 425 mg KHP ke dalam air suling, encerkan sampai 1000 mL. Secara teori, KHP mempunyai nilai KOK 1,176 mg O_2 /mg KHP dan larutan ini secara teori mempunyai nilai KOK 500 μg O_2 /mL. Larutan ini stabil bila disimpan dalam kondisi dingin. Hati-hati terhadap pertumbuhan biologi. Siapkan dan pindahkan larutan dalam kondisi steril. Sebaiknya larutan ini dipersiapkan setiap 1 minggu.

3.3 Peralatan

- l) spektrofotometer sinar tampak;
- m) kuvet;
- n) tabung pencerna, lebih baik gunakan kultur tabung borosilikat dengan ukuran 16 mm x 100 mm; 20 mm x 150 mm atau 25 mm x 150 mm bertutup ulir. Atau alternatif lain, gunakan ampul borosilikat dengan kapasitas 10 mL (diameter 19 mm sampai dengan 20 mm);
- o) pemanas dengan lubang-lubang penyangga tabung;
- p) mikroburet;
- q) labu ukur 50 mL, 100 mL, 250 mL, 500 mL dan 1000 mL;
- r) pipet volum 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL dan 25 mL;
- s) gelas piala; dan
- t) timbangan analitik.

3.4 Keselamatan kerja

Perhatian Selalu gunakan pelindung wajah dan sarung tangan untuk melindungi dari panas dan kemungkinan ledakan tinggi pada suhu 150°C.

3.5 Persiapan dan pengawetan contoh uji

3.5.1 Persiapan contoh uji

- e) Homogenkan contoh uji.
- f) Cuci tabung refluks dan tutupnya dengan H₂SO₄ 20% sebelum digunakan.
- g) Pipet volume contoh uji dan tambahkan larutan pencerna dan tambahkan larutan pereaksi asam sulfat yang memadai ke dalam tabung atau ampul, seperti yang dinyatakan dalam tabel berikut:

Tabel 1 Contoh uji dan larutan pereaksi untuk bermacam-macam tabung pencerna

| Tabung pencerna | Contoh uji (mL) | Larutan pencerna (mL) | Larutan pereaksi asam sulfat (mL) | Total volume (mL) |
|---------------------------------|-----------------|-----------------------|-----------------------------------|-------------------|
| Tabung kultur | | | | |
| 16 x 100 mm | 2,50 | 1,50 | 3,5 | 7,5 |
| 20 x 150 mm | 5,00 | 3,00 | 7,0 | 15,0 |
| 25 x 150 mm | 10,00 | 6,00 | 14,0 | 30,0 |
| Standar Ampul : 10 ml | 2,50 | 1,50 | 3,5 | 7,5 |

- e) Tutup tabung dan kocok perlahan sampai homogen.
- f) Letakkan tabung pada pemanas yang telah dipanaskan pada suhu 150°C, lakukan refluks selama 2 jam.

3.5.2 Pengawetan contoh uji

Contoh uji diawetkan dengan menambahkan H₂SO₄ sampai pH lebih kecil dari 2,0 dan contoh uji disimpan pada pendingin 4°C dengan waktu simpan 7 hari.

3.6 Persiapan pengujian

Pembuatan kurva kalibrasi

- d) Optimalkan alat uji spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengujian KOK.
- e) Siapkan setidaknya 5 larutan standar KHP ekuivalen dengan KOK untuk mewakili kisaran konsentrasi.
- f) Gunakan volume pereaksi yang sama antara contoh dan larutan standar KHP.
- g) Baca absorbansinya pada panjang gelombang 600 nm atau panjang gelombang 420 nm.
- h) Buat kurva kalibrasi.

3.7 Prosedur

- h) Dinginkan perlahan-lahan contoh yang sudah direfluks sampai suhu ruang untuk mencegah terbentuknya endapan. Jika perlu, saat pendinginan sesekali tutup contoh dibuka untuk mencegah adanya tekanan gas.
- i) Biarkan suspensi mengendap dan pastikan bagian yang akan diukur benar-benar jernih .
- j) Ukur contoh dan larutan standar pada panjang gelombang yang telah ditentukan (420 nm atau 600 nm).
- k) Pada panjang gelombang 600 nm, gunakan blanko yang tidak direfluks sebagai larutan referensi.
- l) Jika konsentrasi KOK lebih kecil atau sama dengan 90 mg/L, lakukan pengukuran pada panjang gelombang 420 nm, gunakan pereaksi air sebagai larutan referensi.
- m) Ukur absorpsi blanko yang tidak direfluks yang mengandung dikromat, dengan pereaksi air sebagai pengganti contoh uji, akan memberikan absorpsi dikromat awal.
- n) Perbedaan absorbansi antara contoh yang direfluks dan yang tidak direfluks adalah pengukuran KOK contoh uji.
- o) Plot perbedaan absorbansi antara blanko yang direfluks dan absorbansi larutan standar yang direfluks terhadap nilai KOK untuk masing-masing standar.
- p) Lakukan analisa duplo.

3.8 Perhitungan

Nilai KOK : sebagai mg /L O₂

- C Masukkan hasil pembacaan absorbansi contoh uji ke dalam kurva kalibrasi
- D Nilai KOK adalah hasil pembacaan konsentrasi contoh uji dari kurva kalibrasi.

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

- b) Gunakan bahan kimia pro analisa (pa).
- c) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- d) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- e) Gunakan air suling bebas organik untuk pembuatan blanko dan larutan kerja.
- f) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- g) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu simpan maksimum 7 hari.

4.2 Pengendalian mutu

- d) Linieritas kurva kalibrasi (r) harus lebih besar atau sama dengan 0,995.
- e) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi. Kandungan organik (nilai KOK) dalam larutan blanko harus lebih kecil dari batas deteksi.
- f) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis. Perbedaan persen relatif (*Relative Percent Different, RPD*) terhadap dua penentuan (replikasi) adalah lebih kecil atau sama dengan 5%, dengan menggunakan persamaan berikut :

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

dengan pengertian:

X_1 adalah konsentrasi KOK pada penentuan pertama;

X_2 adalah konsentrasi KOK pada penentuan ke dua.

Bila nilai RPD lebih besar dari 5%, pengujian harus diulang.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi dapat dilakukan dengan salah satu dari berikut ini:

- c) Analisis *SRM*.
- d) Lakukan analisis *SRM (Standard Reference Material)* untuk kontrol akurasi.
- e) Analisis blind sample.
- f) Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
- g) Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut.

- 9) Parameter yang dianalisis.
- 10) Nama analisis.
- 11) Tanggal analisis.
- 12) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
- 13) Rekaman kurva kalibrasi atau kromatografi.
- 14) Nomor contoh uji.
- 15) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 16) Batas deteksi.
- 17) Rekaman hasil perhitungan.
- 18) Hasil pengukuran persen *spike matrix* dan *CRM* atau *blind sample* (bila dilakukan).
- 19) Kadar kebutuhan oksigen kimiawi (KOK) dalam contoh uji.

Bibliografi

Lenore S.Clesceri et al. "*Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*", 20th Edition, 1998, Metode 5220 D (*Closed Reflux, Colorimetric Method*)