

Verifikasi Metode Analisis Kadar Total Fosfat dalam Air Limbah Laundry Merujuk pada SNI 06-6989.31-2005

Made Yuri Suryani^{1*}, Asful Hariyadi², Adhe Paramita¹, Rika Awalyn Safitri¹

¹Made Yuri Suryani, Laboratorium Terpadu, Institut Teknologi Kalimantan, Balikpapan, 76127,

²Asful Hariyadi, Program Studi Teknik Kimia, Institut Teknologi Kalimantan, Balikpapan, 76127, asful.hariyadi@lecturer.itk.ac.id

*corresponding author: yurisuryani@staff.itk.ac.id

Submisi: 29 September 2022; Penerimaan: 15 Maret 2023

ABSTRAK

Peningkatan kegiatan Usaha Mikro Kecil dan Menengah (UMKM) di bidang jasa pencucian (laundry) Balikpapan semakin berkembang setiap tahunnya. Proses aktivitas laundry menghasilkan limbah cair yang mengandung polutan senyawa beracun dan berbahaya, salah satunya adalah senyawa fosfat, yang apabila memiliki kadar yang melebihi dari BMAL (Baku Mutu Air Limbah) yang sudah ditentukan yaitu maksimum 2 mg/L maka akan berbahaya bagi lingkungan dan dapat menyebabkan pencemaran air. Oleh sebab itu, dalam rangka mengendalikan pencemaran air sesuai batas baku mutu air limbah maka diperlukan adanya analisis pengukuran kadar fosfat sebelum di alirkan ke badan air. Adapun tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mempelajari teknik karakterisasi parameter kadar fosfat yang terkandung dalam sampel uji dengan menggunakan instrumentasi Spektrofotometer UV-Vis berdasarkan SNI 06-6989.31-2005. Prosedur pengambilan contoh uji air limbah merujuk pada SNI 6989.59-2008 pada salah satu usaha laundry di Kota Balikpapan, Kalimantan Timur pada dua sumber saluran pembuangan sebelum masuk perairan penerima limbah. Analisis dilaksanakan pada Laboratorium Karakterisasi, Pusat Laboratorium Terpadu ITK dengan pengulangan sebanyak 7 (tujuh) kali pada masing-masing contoh uji. Data hasil analisis pada parameter batas deteksi dan batas kuantitasi diperoleh sebesar 0,033 mg/L dan 0,083 mg/L. Nilai parameter presisi sampel uji air limbah laundry memperoleh nilai %RSD pada air limbah laundry A dan B sebesar 3,965% dan 3,809%. Nilai %recovery pada air limbah A dan B sebesar 98,211% dan 86,611%. Sehingga hasil analisa kadar fosfat dalam air limbah laundry A dan B diperoleh sebesar 0,290 mg/L dan 0,276 mg/L. Hasil tersebut menunjukkan bahwa kadar fosfat pada sampel air limbah laundry tidak melebihi batas ambang air limbah dan metode analisa uji dapat diterapkan pada Laboratorium Terpadu, Institut Teknologi Kalimantan.

Kata Kunci: Air Limbah Laundry, Analisa Fosfat, Verifikasi Metode, Spektrofotometer UV-Vis.

PENDAHULUAN

Usaha mikro kecil dan menengah (UMKM) di kota Balikpapan semakin berkembang, salah satu contohnya adalah jasa pencucian pakaian (laundry). Berdasarkan data yang dihimpun oleh Kementerian Koperasi dan Usaha Kecil

dan Menengah Republik Indonesia, (2022), jumlah UMKM jasa laundry di Balikpapan tahun 2022 sebanyak 489 UMKM. Jumlah air limbah yang dihasilkan oleh satu usaha laundry mencapai 279,4 L/hari, sehingga dapat diperkirakan potensi jumlah air limbah setiap harinya mencapai 136.636,6 L. Air limbah yang dihasilkan dari

aktivitas *laundry* mengandung polutan dengan toksisitas tinggi yang berbahaya bagi Kesehatan serta mempengaruhi ekosistem perairan karena kandungan bahan kimia organik maupun anorganik, alkalinitas seperti senyawa aktif surfaktan dan fosfat yang sulit terdegradasi (Sirajuddin et al., 2017).

Pencemaran air dapat dikatakan apabila kandungan polutan dalam air sudah melewati batas baku mutu yang sudah ditetapkan yaitu menurut Peraturan Daerah Kaltim no. 2 tahun 2011 standar baku mutu air limbah domestik perihal kadar maksimum fosfat total (PO_4^{3-}) sebesar 2 mg/L. Oleh karena itu, diperlukan suatu langkah awal dalam pengendalian pencemaran air khususnya pada kegiatan aktifitas UMKM dengan cara melakukan pengecekan secara berkala kadar polutan fosfat dalam air limbah *laundry* sebelum dialirkan ke badan air.

Metode spektrofotometri telah digunakan untuk menganalisis kadar fosfat (PO_4^{3-}) dalam air limbah domestik (Gcsst et al., 2020), perairan sungai citarum (Litkayasa Pada Balai et al., 2017) dan air tawar (Purnama & Kusumaningtyas, 2013). Metode analisis pengukuran total fosfat merujuk pada metode SNI 06-6989.31-2005. Kondisi saat ini, belum dilakukannya metode analisis yang tervalidasi terkait pengukuran kadar fosfat total pada cemaran air limbah *laundry*. Oleh sebab itu, penelitian ini dilakukan verifikasi metode pengujian fosfat dengan beberapa parameter diantaranya uji kuantitasi (LOQ), uji deteksi (LOD), uji presisi serta uji akurasi dari 2 sampel acak yang akan diteliti. Metode yang tervalidasi akan diterapkan sebagai salah satu bentuk layanan pengujian di Laboratorium Terpadu ITK. Hal ini dilakukan sebagai bagian dari bentuk pelayanan kepada masyarakat dalam

menunjang peranan penting Tri Dharma Perguruan Tinggi.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kuvet, labu ukur 1000 mL, labu ukur 500 mL, labu ukur 100 mL, botol semprot, gelas piala 100 mL, pipet ukur 10 mL, pipet ukur 25 mL, pipet tetes, karet penghisap, kaca arloji, spatula besi dan corong kaca. Sedangkan peralatan instrumentasi yang digunakan diantaranya adalah neraca analitik (Ohaus) dan Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu tipe UV-1780). Adapun beberapa bahan yang disiapkan dalam pengujian diantaranya sampel air limbah *laundry*, akuades, larutan asam sulfat 5 N (Merck), larutan kalium antimonil tartrat 0,5 M (Merck), larutan amonium molibdat 0,032 M (Merck), larutan asam askorbat 0,1 M (Merck), indikator fenolftalein dan kertas saring 0,45 μm

Pengambilan Sampel Air Limbah *Laundry*

Pengambilan contoh air limbah untuk pengendalian pencemaran air menurut SNI 6989.59-2008 yang belum memiliki IPAL dilakukan dengan metode *grab sampling* yaitu dengan melakukan pengambilan air sampel pada saluran pembuangan sebelum masuk ke lingkungan. Sampel diambil pada botol plastik yang telah dicuci bersih.

Sebelum dilakukan pengujian, air limbah yang telah diambil dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring dengan ukuran pori 0,45 μm kemudian air limbah yang telah di saring dimasukkan ke dalam botol kaca amber yang telah di cuci bersih.

Preparasi Larutan Campuran

Sebanyak 50 ml larutan asam sulfat 5N dipindahkan kedalam gelas piala kemudian dilakukan penambahan 5 mL larutan kalium antimonil tartrat kemudian aduk hingga homogen. Setelah itu, tambahkan 15 mL larutan ammonium molibdat dan 30 mL larutan asam askorbat 0,1 M kemudian aduk hingga homogen. Jika larutan berwarna keruh maka diamkan beberapa menit hingga kekeruhan hilang dan larutan siap digunakan. Stabilisasi dari larutan campuran memerlukan waktu selama 4 jam. Namun apabila larutan berwarna biru maka larutan campuran tidak dapat digunakan karena terdapat kontaminasi sehingga lakukan pengulangan dalam pembuatan masing-masing larutan (Badan Standarisasi Nasional, 2005).

Preparasi Larutan Kerja Fosfat

Larutan baku fosfat dibuat sebagai stok dari padatan kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4) yang dilarutkan dengan aquadest hingga diperoleh larutan baku dengan konsentrasi 10 mg/L. Selanjutnya, deret larutan kerja fosfat dibuat dengan menggunakan larutan baku 10 mg/L yang diencerkan pada 5 nilai variabel kadar fosfat pada rentang 0,0 mg/L hingga 10 mg/L. Masing-masing larutan kerja di pipet sebanyak 50 mL dan masukkan kedalam erlenmeyer, kemudian menambahkan 1 tetes indikator fenolftalein. Selanjutnya dilakukan penambahan larutan asam sulfat 5 N tetes demi tetes sampai terjadi perubahan warna dari sampel yang semula berwarna merah muda menjadi bening. Lalu, dilakukan penambahan larutan campuran sebanyak 8 mL dan di homogenkan, tunggu hingga 15 menit kemudian masukkan kedalam kuvet dan lakukan pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang

gelombang 880 nm (Badan Standarisasi Nasional, 2005). Selanjutnya dilakukan linieritas dengan penentuan persamaan garis lurus dan koefisien korelasinya. Jika koefisien korelasi (r)>0,97 maka telah memenuhi syarat keberterimaan uji linieritas (Abdul, 2014).

Pengukuran Kadar Fosfat Dalam Air Limbah Laundry

Sampel limbah laundry yang telah dipreparasi sesuai dengan prosedur penyiapan larutan kerja lalu dilakukan pengukuran absorbansi kompleks biru yang terbentuk pada panjang gelombang 880 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Larutan siap untuk dilakukan pengukuran apabila warna larutan akhir berwarna biru. Pengukuran absorbansi sampel dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali.

a. Verifikasi Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi

Penentuan batas kuantitasi serta batas deteksi dihitung menggunakan persamaan (1) dan (2) untuk mendeteksi sensitivitas metode verifikasi yang telah dilaksanakan berdasarkan Purnama & Kusumaningtyas (2013).

$$LoD = X + 3SD \quad (1)$$

$$LoQ = X + 10SD \quad (2)$$

Keterangan:

X = Rata-rata konsentrasi blanko

SD = Simpangan baku

b. Presisi

Presisi merupakan parameter yang menjelaskan ukuran keterulangan metode analisis baik kondisi pengujian yang sama, peralatan yang sama maupun kesamaan analisis yang dinyatakan dalam relative standard deviation (RSD). Pada uji presisi dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali

dan tentukan %RSD dengan syarat keberterimaan %RSD untuk analit 1 ppm maksimal 16 dengan menggunakan persamaan (3) (Abdul, 2014):

$$\%RSD = \frac{SD}{x} \times 100\% \quad (03)$$

c. Akurasi

Metode analisa akurasi menyatakan nilai kedekatan hasil pengukuran dengan hasil sebenarnya yaitu dengan menggunakan larutan standar. Metode analisis spike digunakan untuk mengoreksi konsentrasi analit dengan menambahkan larutan standar fosfat dengan konsentrasi tertentu ke dalam sampel uji air limbah yang telah dihitung kadar analitnya.

Pengujian dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali lalu berdasarkan data yang terhimpun dihitung nilai %recovery pada masing-masing sampel air limbah. Metode analisis dinyatakan valid apabila memenuhi syarat keberterimaan perolehan kembali (%recovery) untuk konsentrasi 1 ppm sebesar 80-110% dengan menggunakan persamaan (4) (Gcsst et al., 2020):

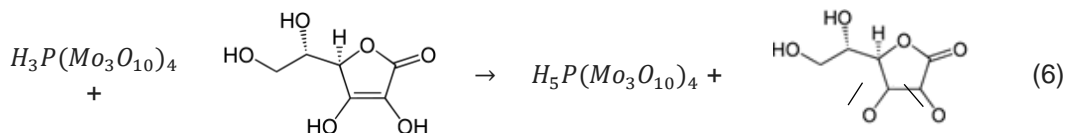
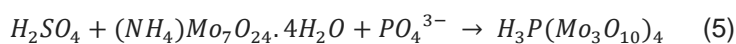
$$\%Recovery = \frac{[c]_{sampel+spike} - [c]_{sampel}}{[c]_{spike}} \times 100\% \quad (4)$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Verifikasi Kadar Fosfat Total dalam Contoh Uji Air Limbah Laundry

Merujuk pada SNI 06-6989.31-2005, prinsip pengujian secara kuantitatif dari keberadaan ion fosfat dapat dideteksi dengan mereaksikan sampel air laundry yang mengandung gugus ortofosfat dengan ammonium molibdat dan kalium antimonil tartrat dalam kondisi asam akan membentuk asam fosfomolibdat sesuai dengan persamaan (5).

Selanjutnya asam fosfomolibdat yang terbentuk akan direduksi dengan asam askorbat sehingga terbentuk kompleks antimonil fosfomolibdat molibden sesuai dengan persamaan (6). Pembentukan kompleks dideteksi dengan perubahan warna sampel menjadi warna biru (Rosilla et al., 2019). Apabila semakin banyak kadar fosfat yang terkandung pada sampel air limbah laundry maka mempengaruhi kepekatan warna biru yang terbentuk. Sesuai dengan sampel larutan standar yang dibuat pada Gambar 1b. maka semakin tinggi konsentrasi ion fosfat maka kompleks biru yang terbentuk akan semakin gelap.





Gambar 1. (a) Sampel Limbah Laundry yang telah disaring; (b) Sampel limbah laundry yang telah diberi pengompleks.

Pada analisa kuantitatif senyawa polutan dalam air limbah laundry khususnya senyawa fosfat dengan metode SNI 06-6989.31-2005 yaitu melalui pengukuran nilai absorbansi kompleks biru molibdenum pada panjang gelombang 880 nm (λ_{max}) menggunakan Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu tipe UV-1780).

Verifikasi Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi

Penentuan batas deteksi dan batas kuantifikasi yang diukur pada panjang gelombang 880 nm sebanyak 7 kali pengulangan menunjukkan konsentrasi analit terendah pada larutan blanko. Hasil penentuan limit deteksi alat ditunjukkan pada **Tabel 2**. menunjukkan nilai batas deteksi (LOD) adalah 0,033 mg/L, sedangkan nilai batas kuantifikasi (LOQ) adalah 0,083 mg/L. Maka dapat disimpulkan kadar fosfat terkecil dalam air limbah *laundry* yang dapat dideteksi oleh instrumen spektrofotometer UV-Vis adalah 0,033 mg/L dan konsentrasi terendah analit pada sampel memiliki tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima adalah 0,083 mg/L sehingga dapat diterapkan sebagai kondisi pengujian fosfat di laboratorium (Gcsst et al., 2020).

Hasil Analisis Kuantitatif dan Presisi

Hasil dari pengujian kadar fosfat terhadap nilai uji presisi pada kedua sampel uji yaitu limbah A dan limbah B dipaparkan pada **Tabel 3**. dan **Tabel 4**.

Pada **Tabel 3** dan **Tabel 4** menunjukkan hasil analisis dari rerata kadar fosfat pada masing-masing sampel adalah sebesar 0,290 mg P/L dan 0,276 mg P/L. Nilai persen deviasi standar relatif (%RSD) pada masing-masing sampel yakni sebesar sebesar 3,965% dan 3,809% sedangkan nilai 2/3 CV Horwitz pada sampel air limbah A dan B adalah 12,851% dan 12,944%. Hal tersebut menunjukkan bahwa metode SNI 06-6989.31-2005 dapat diaplikasikan sebagai metode analisa fosfat pada air limbah *laundry* dikarenakan nilai RSD (%) < 2/3 CV Horwitz (%) yang menunjukkan memiliki nilai presisi yang baik (Gcsst et al., 2020).

Akurasi

Tingkat akurasi menentukan ketepatan nilai analisis yang diukur dengan kadar analit yang sebenarnya. Tingkat keberterimaan ditentukan menggunakan parameter %*recovery*. Pengujian nilai akurasi dilakukan dengan 7 kali pengulangan terhadap 2 sampel air limbah

A dan B. Nilai perolehan kembali untuk kisaran analit 1 ppm adalah 80-110% (Abdul, 2014). Parameter keberhasilan diukur berdasarkan nilai %recovery yang menandakan perbandingan sejumlah fosfat yang terukur dengan instrumen dibandingkan dengan hasil perhitungan

sesuai dengan persamaan (4). Verifikasi metode memperoleh akurasi yang tinggi jika nilai replika analit mendekati nilai dari larutan standar yang diuji. Adapun, hasil penentuan %recovery pada sampel air limbah laundry A dan B ditunjukkan pada

Tabel 5.

Tabel 2. Pengukuran Nilai Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi

Pengulangan	Kadar P mg/L	Absorbansi	Kadar P hitung mg/L
1	0,0	0,005	0,005
2	0,0	0,006	0,014
3	0,0	0,005	0,005
4	0,0	0,006	0,014
5	0,0	0,007	0,024
6	0,0	0,005	0,005
7	0,0	0,006	0,014
Rata-rata kadar P (X)			0,011
SD			0,007
LOD= X+3SD			0,033
LOQ= X+10SD			0,083

Tabel 3. Hasil analisis kadar fosfat dalam air limbah laundry A

Pengulangan	Absorbansi	Kadar Fosfat (mg/L)
1	0,034	0,279
2	0,036	0,298
3	0,034	0,279
4	0,034	0,279
5	0,036	0,298
6	0,035	0,289
7	0,037	0,307
Kadar fosfat rata-rata (mg P/L)		0,290
Simpangan baku (SD)		0,011
%RSD		3,965
2/3 CV Horwitz		12,851

Tabel 4. Hasil analisis kadar fosfat dalam air limbah laundry B

Pengulangan	Absorbansi	Kadar Fosfat (mg/L)
1	0,033	0,270
2	0,033	0,270
3	0,033	0,270
4	0,034	0,279
5	0,036	0,298
6	0,034	0,279
7	0,033	0,270
Kadar fosfat rata-rata (mg/L)		0,276
Standar Deviasi (SD)		0,011
%RSD		3,809
2/3 CV Horwitz		12,944

Tabel 5. Penentuan %recovery

Sampel Uji	Konsentrasi Sampel Uji (mg/L)	Konsentrasi spike (mg/L)	Konsentrasi sampel + spike (mg/L)	%Recovery	Keterangan
A	0,290	0,4	0,683	98,211	Memenuhi
B	0,276	0,4	0,623	86,611	Memenuhi

KESIMPULAN

Analisa kuantitatif senyawa polutan fosfat pada air limbah *laundry* telah dilakukan merujuk pada metode SNI 06-6989.31-2005. Berdasarkan hasil pengujian diperoleh kadar fosfat pada air limbah laundry A dan B sebesar 0,290 mg/L dan 0,276 mg/L. Air limbah *laundry laundry* yang diukur masih dapat dikategorikan aman karena tidak melampaui standar mutu yang ditetapkan oleh Peraturan Daerah Kalimantan Timur Tahun 2011. Sesuai dengan tujuan penelitian, bahwa metode SNI 06-6989.31-2005 yang telah diterapkan menggunakan instrumen Spektrofotometer UV-Vis untuk memvalidasi kadar fosfat pada air limbah *laundry* telah terverifikasi dengan baik. Hal ini ditunjukkan berdasarkan parameter verifikasi metode menunjukkan nilai yang diperoleh pada uji linieritas, limit deteksi, limit kuantifikasi, presisi dan akurasi

memenuhi syarat keberterimaan dan memenuhi penjaminan mutu hasil uji. Oleh sebab itu, metode pengujian kadar fosfat pada sampel air pada penelitian ini kedepannya akan dapat diterapkan sebagai layanan pengujian yang telah tervalidasi di Laboratorium Terpadu ITK

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih penulis utarakan kepada Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (LPPM) Institut Teknologi Kalimantan yang telah mendukung kegiatan penelitian ini dalam skema pendanaan pada Program Penelitian Tenaga Kependidikan Tahun 2022.

DAFTAR PUSTAKA

Abdul. (2014). *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*. Gadjah Mada University Press.

- Badan Standarisasi Nasional. (2005). Air dan Air Limbah – Bagian 31 : Cara Uji Kadar Fosfat dengan Spektrofotometer Secara Asam Askorbat. *Sni 06-6989.31-2005*, 1–10.
- Gcsst, T., Lufiana, Q., Arief, M. S., & Panggabean, A. S. (2020). *Global Conferences Series : Verification of determination of phosphate (PO 43-) method in domestic wastewater using the ascorbic acid method with uv-vis spectrophotometer Verifikasi metode penentuan fosfat (PO 43-) pada air limbah domestik menggunakan*. 5, 125–129.
- Indonesia, S. N., & Nasional, B. S. (2008). Metoda Pengambilan Contoh Air Permukaan. *Sni 6989.59:2008*, 59, 19.
http://ciptakarya.pu.go.id/plp/upload/peraturan/SNI_-6989-59-2008-_Metoda-Pengambilan-Contoh-Air-Limbah.pdf
- Kementerian Koperasi dan Usaha Kecil dan Menengah Republik Indonesia. (2022). *Data UMKM*.
<http://umkm.depkop.go.id/>
- Litkayasa Pada Balai, T., Pemulihan, P., Konservasi, D., & Daya, S. (2017). *ANALISA KADAR FOSFAT (P-PO 4) DI PERAIRAN SUNGAI CITARUM DAN ANAK SUNGAINYA DENGAN METODE ASAM ASKORBAT Dyah Ika Kusumaningtyas dan Puji Purnama*. 15(1), 23–29.
<http://ejournal-balitbang.kkp.go.id/index.php/btl>
- Peraturan Daerah (PERDA) tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air*. (2011).
<https://peraturan.bpk.go.id/Home/Details/32978/perda-prov-kalimantan-timur-no-2-tahun-2011>
- Purnama, P., & Kusumaningtyas, D. I. (2013). Penentuan Batas Deteksi (Lod) Dan Batas Kuantitasi (Loq) Pada Pengukuran Fosfat (Po4-P) Dalam Air Tawar Dengan Metode Asam Askorbat. *Btl*, 11(1), 71–75.
- Riyanto. (2014). *Validasi & Verifikasi Metode Uji : Sesuai ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Deepublish.
- Rosilla, R., Azizah, M., & Setiawati, D. (2019). Kadar Fosfat Dalam Air Sungai Cikaniki. *Jurnal Sains Natural*, 5(2), 124.
<https://doi.org/10.31938/jsn.v5i2.263>
- Sirajuddin, Syahrir, M., & Syahrir, I. (2017). Optimasi Kecepatan Pengadukan Pada Proses Adsorpsi Limbah Cair Laundry Untuk Menurunkan Kadar Surfaktan Menggunakan Batu Bara. *Seminar Nasional Sains Dan Teknologi 2017 , November*, 1–8.
jurnal.umj.ac.id/index.php/semnastek