



A 355

A 355

DP / BPPI / BISB / 194 / 92

NO: 230 / 7 / BALAI RISET
DAN STANDARISASI INDUSTRI

PENELITIAN WAKTU
DALUWARSA AIR MINUM
DALAM KEMASAN

DISPERPUSIP JATIM

BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI
BALAI PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI SURABAYA
JL. JAGIR WONOKROMO 360 TELP. 816612 SURABAYA

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa sehubungan dengan telah selesainya kegiatan " PENELITIAN WAKTU DALUWARSA AIR MINUM DALAM KEMASAN ".

Laporan penelitian ini merupakan pertanggung jawaban " In House Research" yang dibiayai oleh Daftar Isian Kegiatan Tahun 1991/1992.

Pada kesempatan ini kami sampaikan terima kasih kepada :

1. Bapak Kepala Balai Industri Surabaya beserta Staf.
2. Direksi Perusahaan Air Minum Dalam Kemasan : PT. TIRTA BAHAGIA, Pandaan Pasuruan beserta pakar dan staf.
3. Semua pihak yang telah membantu pelaksanaan kegiatan penelitian ini.

Kami harapkan hasil penelitian ini bermanfaat bagi pihak-pihak terkait dan yang berkepentingan.

Surabaya, Februari 1992

Penyusun,

Drs. Sigit Purnama, Apt.

A B S T R A C T

Research on Expiration Date of Drinking Water In Package had been carried out. Analisis on 200 ml. and 500 ml. packed samples at production level resulted both meet requirements SII. 2040 - 90, Drinking Water In Package.

Then samples was stored under room temperature condition, free from direct sunlight but not from the dust (arranged as retailers Storage/display condition). Its been analized once a month for seventh months.

Data of analisis showed there was fluktuative number of bacteria in the samples ; its possibly influenced by sterility of the package. However, the quality is still meet requirements Indonesian Industrial Standard.

Comparing with distribution time, since its produced untill sold-out within 3 - 4 months, Expiration Date Should not be inserted to the label.

R I N G K A S A N

Telah dilakukan penelitian perlu tidaknya pencantuman waktu daluwarsa Air Minum Dalam Kemasan.

Analisis terhadap contoh kemasan 220 ml. dan 500 ml. ditingkat produksi menunjukkan keduanya memenuhi syarat SII. 2040 - 90, :

AIR MINUM DALAM KEMASAN.

Kemudian contoh disimpan pada suhu kamar, bebas pengaruh sinar matahari langsung, tetapi tidak bebas dari debu (diatur menyerupai penyimpanan/penjualan pada pedagang eceran).

Setiap sebulan sekali dianalisa hingga bulan ketujuh.

Data analisis menunjukkan sejumlah bakteri yang tidak beraturan dalam kedua contoh ; ini dimungkinkan oleh karena pengaruh Sterilitas kemasan. Namun mutu keduanya masih memenuhi syarat SII.

Bila dibandingkan dengan masa distribusi sejak diproduksi hingga terjual habis dipasaran yang memakan waktu 3 - 4 bulan, pencantuman tanggal daluwarsa pada tabel tidak diperlukan.

DAFTAR - ISI

Halaman :

J U D U L	
KATA PENGANTAR	i
A B S T R A C T	ii
R I N G K A S A N	iii
D A F T A R I S I	iv - v
D A F T A R T A B E L	vi
D A F T A R L A M P I R A N	
BAB. I. PEDAHULUAN	1
A. LATAR BELAKANG	1
B. PERMASALAHAN	1
C. MAKSUD DAN TUJUAN	2
D. HIPOTESIS	2
BAB. II TINJAUAN UMUM	3
A. STANDAR AIR MINUM DALAM KEMASAN	3
B. PROSES PEMBUATAN A. M. D. K.	7
C. SITUASI INDUSTRI A. M. D. K.	12
D. TANGGAL DALUWARSA	13
BAB. III P E R C O B A A N	14
A. B A H A N	14
B. PEREAKSI DAN MEDIA	14
C. P E R A L A T A N	14
D. CARA KERJA	14
BAB. IV. HASIL PEMBAHASAN	15
A. HASIL ANALISIS SESUAI SII. 2040 + 90	15
B. HASIL ANALISIS SETIAP BULAN	18

BAB. V. KESIMPULAN DAN SARAN	23
A. KESIMPULAN	23
B. SARAN	23
DAFTAR PUSTAKA	24
LAMPIRAN	25

DISPERPUSIP JATIM

DAFTAR - TABEL

Halaman :

1. Syarat Mutu Air Minum Dalam Kemasan SII. 2040 - 87	3
2. Batas Maksimum Cemaran Mikroba Dalam Makanan	5
3. Syarat Mutu Air Minum Dalam Kemasan SII. 2040 - 90	6
4. Hasil analisis sesuai SII. 2040 - 90 untuk kemasan 220 ml.	15
5. Hasil analisis sesuai SII. 2040 - 90 untuk kemasan 500 ml.	17
6. Hasil analisis bulanan kemasan 220 ml.	19
7. Hasil analisis bulanan kemasan 500 ml.	21

DAFTAR - LAMPIRAN

Halaman :

SII. 2040 - 87, Air Minum Dalam Kemasan	25
---	----

DISPERPUSIP JATIM

B A B. I

P E N D A H U L U A N

A. LATAR BELAKANG

Air minum merupakan kebutuhan yang cukup vital bagi kelangsungan hidup manusia.

Dewasa ini air minum telah diproduksi secara komersial.

Dipropinsi Jawa Timur saja tercatat 19 perusahaan memasuki ajang bisnis komoditas ini. Dengan menggunakan air baku dari sumber air alami, kemudian diproses secara higienis dan dikemas dalam wadah dari plastik maupun botol kaca, siaplah sudah produk industri ini memasuki pasaran, baik domestik maupun manca negara.

Sebagai komoditas industri pangan yang telah beredar luas di masyarakat, produk ini diharapkan dapat dipertanggung jawabkan dari aspek mutunya sehingga dapat memberikan perlindungan bagi kesehatan dan keselamatan konsumen.

Untuk itu Departemen Perindustrian telah menetapkan memberlakukan penerapan SII : 2040 - 90, AIR MINUM DALAM KEMASAN secara wajib.

Terhitung sejak bulan Juni 1991 semua produk air minum dalam kemasan mutunya harus memenuhi syarat SII tersebut diatas.

B. PERMASALAHAN

Dalam kurun waktu selama beredar dipasaran, mutu air minum dalam kemasan dapat mengalami perubahan. Hal ini antara lain ditandaidengan timbulnya jamur, terdapat zat berwarna putih yang melayang - layang, rasa berubah, w a d a h menggelembung sampai diketemukan mengandung sejumlah kuman yang melebihi ketentuan.

Bahkan beberapa waktu yang lalu media cetak telah memuat berita tentang 5 perusahaan air minum di Jawa Timur diharuskan menarik produknya dari peredaran karena tidak memenuhi persyaratan.

Juga diketemukan produk yang dijual dalam keadaan rusak, berwarna seperti air teh.

C. MAKSUD DAN TUJUAN

Meneliti dan mengkaji perlu tidaknya pencatuman waktu daluwarsa pada label Air Minum Dalam Kemasan, mengingat produk ini sudah me masyarakat.

Dengan demikian apabila dijumpai produk yang rusak dipasaran segera bisa diamankan serta produsen dapat mengambil langkah-langkah untuk perbaikan.

D. HIPOTESIS

Dengan diketahuinya waktu daluwarsa atau batas waktu layak minum, dampak negatif akibat timbulnya kerusakan air minum dalam kemasan dapat dihindari dan dicegah.

B A B. II

TINJAUAN U M U M

A. STANDAR AIR MINUM DALAM KEMASAN

Air Minum Dalam Kemasan pertama kali disyahkan Standar Industri - trinya pada tahun 1987 yaitu SII 2040 - 87, AIR MINUM DALAM KEMASAN. Dalam Standar Industri Indonesia tersebut definisi Air Minum Dalam - Kemasan adalah air yang telah diproses, dikemas dan aman diminum - langsung.

Dalam Standar Industri Indonesia 2040 - 87 juga ditetapkan per - syaratan mutu Air Minum Dalam Kemasan sebagai berikut :

Tabel : 1
Syarat Mutu Air Minum Dalam Kemasan
SII 2040 - 87

No.	U r a i a n	Satuan	Persyaratan
1	2	3	4
1.	Warna (skala Pt. Co)	mg/l	maks. 2,5
2.	Ganda rasa	-	normal
3.	p H	-	6,5 - 8,5
4.	Kekeruhan (skala SiO ₂)	mg/l	maks. 5
5.	Kesadahan	° D	maks. 10
6.	Zat yang terlarut	mg/l	maks. 1000
7.	Zat organik (sebagai angka - KMn O ₄)	mg/l	maks. 1
8.	Nitrat (NO ₃ ⁻)	mg/l	tidak ternyata
9.	Nitrit (NO ₂ ⁻)	mg/l	tidak ternyata
10.	Amonium (NH ₄ ⁻)	mg/l	tidak ternyata
11.	Sulfat (SO ₄ ²⁻)	mg/l	maks. 200
12.	Sulfida (S)	mg/l	tidak ternyata
13.	Klorida (Cl ⁻)	mg/l	maks. 250
14.	Fluorida (F ⁻)	mg/l	maks. 1,0

1	2	3	4
15.	Sianida (CN^-)	mg/l	maks. 0,05
16.	Besi (Fe)	mg/l	maks. 0,1
17.	Mangan (Mn)	mg/l	maks. 0,05
18.	Logam Berbahaya :		
	a. Timbal (Pb)	mg/l	maks. 0,1
	b. Tembaga (Cu)	mg/l	maks. 0,5
	c. Cadmium (Cd)	mg/l	maks. 0,4
19.	Raksa (Hg)	mg/l	maks. 0,1
20.	Arsen (As)	mg/l	maks. 0,5
21.	Klor bebas	mg/l	tidak ternyata
22.	Cemaran mikroba :		
	22.1. Jumlah bakteri (TPC)	koloni /100 ml.	awal = 0 hipesaran = 10^2
	22.2. Bakteri bentuk Coli	koloni /100 ml.	0
	22.3. E ₁ Coli	koloni /100 ml.	0
	22.4. C. Perfringens	koloni /100 ml.	0
	22.5. Salmonella	M P N	0
	22.6. Staphylococcus Aureus	koloni /100 ml.	0

Untuk memenuhi syarat mutu tersebut diatas ternyata dalam praktek produksi tidak mudah dilaksanakan. Walaupun telah dilakukan sterilisasi dengan ozon dan ultra violet namun hasil produksi masih sering tidak memenuhi syarat, terutama syarat jumlah bakteri (TPC) ditingkat produksi = 0 koloni/100 ml.

Memurut Surat Keputusan Direktur Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan, Departemen Kesehatan R.I. Nomor : 03726/B/SK/VII/89 Tentang Batas Maksimum Cemaran Mikroba Dalam Makanan untuk Air Mineral ditetapkan sebagai berikut :

Tabel : 2

Batas Maksimum Cemaran Mikroba Dalam Makanan

JENIS MAKANAN	JENIS PENGUJIAN	BATAS MAKSIMUM PER GRAM / ml.
Air mineral	A. L. T.	10^2
	MPN Coliform	< 3
	Escherichia coli	0
	Clost. perfringens	0
	Salmonella	negatif

Pada tanggal 22 Maret 1990 diadakan Rapat Konsensus Nasional Standar Industri Indonesia di Jakarta yang membahas revisi SII. 2040-87, diutamakan pada persyaratan mutu dengan alasan sebagai berikut :

- Menunjang Instruksi Menteri Perindustrian No. : 04/M/Ins/10/1989
- Melindungi konsumen
- Mendukung perkembangan industri agro base
- Menunjang ekspor non migas

Hadir dalam rapat-rapat tersebut wakil-wakil dari produsen, konsumen dan instansi terkait.

Sebagai acuan diambil dari :

- Peraturan Menteri Kesehatan No. : 722/Men. Kes/Per/IX/88 tentang Bahan-Tambahan Makanan
- Standar dan peraturan Codex Alimentarius Commission

Hasil revisi telah disahkan oleh Menteri Perindustrian sebagai SII : 2040 - 90, Air Minum Dalam Kemasan, dengan syarat mutu sebagai berikut :

Tabel : 3

Syarat Mutu Air Minum Dalam Kemasan

SII : 2040 - 90

No.	Kriteria Uji	Satuan	Persyaratan
1.	Kedaaan : - B a u - R a s a - W a r n a (Unit Pt.Co)		tidak berbau tidak terasa maks. 2,5
2.	p H		6,5 - 8,5
3.	Kekeruhan NTU		maks. 5
4.	Kesadahan dihitung CaCO_3	mg/l	maks. 170
5.	Zat yang terlarut	mg/l	maks. 500
6.	Zat organik (sebagai angka KMnO_4)	mg/l	maks. 1,0
7.	Nitrat (NO_3^-)	mg/l	tidak ternyata
8.	Nitrit (NO_2^-)	mg/l	tidak ternyata
9.	Ammonium (NH_4^-)	mg/l	tidak ternyata
10.	Sulfat (SO_4^-)	mg/l	maks. 200
11.	Sulfida	mg/l	tidak ternyata
12.	Klorida (Cl^-)	mg/l	maks. 250
13.	Fluorida (F^-)	mg/l	maks. 1,0
14.	Sianida (CN^-)	mg/l	maks. 0,05
15.	B e s i (Fe)	mg/l	maks. 0,1
16.	Mangan (Mn)	mg/l	maks. 0,05
17.	Klor bebas	mg/l	tidak ternyata
18.	Cemaran logam : - Timbal (Pb) - Tembaga (Cu) - Cadmium (Cd) - Raksa (Hg)	mg/l mg/l mg/l mg/l	maks. 0,05 maks. 0,5 maks. 0,01 maks. 0,001
19.	A r s e n (As)	mg/l	maks. 0,05

No.	Kreteria Uji	Satuan	Persyaratan
20.	Cemaran mikroba :		
	- Angka lempeng total awal	koloni/ml.	mak. $1,0 \times 10^2$
	- Angka lempeng total akhir/ dipasaran	koloni/ml.	maks. $1,0 \times 10^4$
	- Bakteri Coliform	APM/100 ml	< 2,2
	- E. Coli		negatif/100 ml.
	- C. perfringens		negatif/100 ml.
	- Salmonella		negatif/100 ml.

B. PROSES PEMBUATAN AIR MINUM DALAM KEMASAN.

1. Bahan baku

Air yang digunakan sebagai bahan baku Air Minum Dalam Kemasan pada umumnya diambil dari sumber air sumur dalam (" deep - well water ") dan sumber air alami pegunungan (" origin - spring water ").

Keduanya memiliki kedalaman tidak kurang dari 100 meter dibawah permukaan tanah.

Air sumur dalam memiliki mutu relatif lebih baik ketimbang air sumur dangkal. Oleh karena keberadaannya yang jauh didasar tanah yang terdiri dari beberapa lapis baik berupa lapisan tanah /tanah liat, lapisan pasir maupun batu cadas dan lain-lain, berakibat berkurangnya kontaminasi atau kandungan mikro organisme.

Demikian pula halnya dengan air pegunungan, walaupun lingkungannya relatif jauh dari sumber polusi, namun tidak berarti hal tersebut merupakan jaminan bebas dari cemaran.

Oleh sebab itu baik air sumur dalam maupun air pegunungan yang telah diambil melalui pompa dan ditampung dalam tangki/reservoir hendaknya terlebih dahulu dianalisa (" raw material control ") sebelum diproses lebih lanjut.

Komposisi air tanah dipengaruhi oleh lingkungan dan struktur lapisan tanah dimana ia berada. Air murni tidak berasa dan hambar.

Menurut LORD dan GAINNEY (4) komposisi air secara umum sebagai berikut:

K A N D U N G A N	M A K S I M U M (ppm)
- Kalsium karbonat	700
- " Sulfat	1428
- " klorida	2152
- " nitrat	129
- Ferro karbonat	131
- Magnesium karbonat	185
- " sulfat	3625
- " klorida	1548
- " nitrat	185
- Natrium karbonat	1085
- " sulfat	2516
- " klorida	17415
- " nitrat	455
- Zat organik	26
- A m m o n i a	11,5

2. PROSES PRODUKSI

Garis besar tahap proses produksi Air Minum Dalam Kemasan adalah sebagai berikut :

- a. Pemompaan air sumur dalam
- b. Penampungan air sumur dalam tangki
- c. Penyaringan
- d. Sterilisasi
- e. Pengisian/Pengemasan
- f. Penggudangan

Tahap awal proses produksi adalah pengambilan air sumur artesis dengan menggunakan pompa khusus untuk sumur dalam. Air tersebut lalu ditampung dalam tangki penampung yang dapat memuat air dalam jumlah yang cukup besar. Sebagian kecil air dapat dialirkan kedalam kolam dan didalamnya dipelihara ikan untuk memantau apabila air terkontaminasi pencemar.

Untuk menghilangkan bau, kotoran dan zat-zat yang tidak diinginkan (kalau ada) air dipompa melalui saringan.

Biasanya digunakan pasir penyaring ("Sand filter"), karbon aktif penyaring ("actifated carbon filter") dan "Cartridge filter" dengan ukuran diameter 0,45 sampai 1,2 mikron untuk menyaring mikro organisme.

Agar lebih menjamin keselamatan dan kesehatan konsumen, tahap proses berikutnya yaitu Sterilisasi. Dalam hal ini yang lazim digunakan yaitu Sterilisasi menggunakan ozon (O_3) dan sinar ultra violet. Ozon dibuat dengan menggunakan ozon Generator, suatu generator yang dapat menghasilkan ozon melalui pancaran kilat voltase tinggi. Ozon yang terjadi disalurkan kedalam badan air. Sedangkan sterilisasi yang lainnya menggunakan lampu ultra violet.

Pada tahap Sterilisasi ini, ada yang sekaligus ozon dan ultra violet digunakan bersama-sama, ada pula yang menggunakannya secara bergantian/sendiri-sendiri.

Setelah badan air di Sterilisasi, tahap berikutnya ialah proses pengisian kedalam kemasan. Ada dua macam kemasan yang digunakan yaitu kemasan yang dibuat dari plastik jenis polikarbon dan

PVC, serta kemasan botol dari kaca.

Kemasan dari plastik berbentuk gelas berisi 220 ml. dan berbentuk botol berisi 500 ml. ; 625 ml. ; 1000 ml. ; 1500 ml. dan 19-liter. Kemasan botol kaca berisi 300 ml.

Kemasan plastik 19 liter dan kemasan botol kaca dapat digunakan kembali setelah dicuci dan disterilisasi, sedangkan kemasan yang lainnya digunakan sekali pakai.

Pencucian botol plastik maupun kaca yang akan digunakan kembali harus benar-benar dapat menjamin kebersihan dan sterilisasinya, sebab kalau tidak akan menyebabkan air yang diisikan kedalamnya cepat mengalami kerusakan.

Hal ini sering terjadi akibat ulah tangan-tangan jahil yang sengaja memasukkan barang-barang kedalam botol kosong setelah isinya habis-dikonsumsi.

Bahan pencuci yang banyak digunakan yaitu tepol, kemudian didesinfeksi dengan menggunakan larutan klorin 0,2 ppm selama 30 detik. Larutan desinfektant tersebut dapat mematikan bakteri tak berspora. Untuk membunuh bakteri berspora diperlukan kadar 10 sampai 2800 kali lebih besar.

Setelah dicuci dengan larutan desinfektant, botol dibilas dengan air yang akan diisikan sampai bersih dari sisa desinfektant.

Botol yang telah bersih lalu diisi air dan ditutup, kemudian diberi label.

Selama kurun waktu proses produksi dilakukan pengendalian mutu baik terhadap bahan baku, pada tahap proses setelah sterilisasi dengan ozon dan sinar ultra violet maupun setelah pengemasan.

Produk-produk yang telah lolos inspeksi mutu langsung dimasukkan kedalam gudang, siap dipasarkan.

Namun bila dalam inspeksi ditemukan kelainan-kelainan/penyimpangan-penyimpangan, diperlukan tindakan lebih lanjut untuk perbaikan agar diperoleh mutu yang dikehendaki sesuai Standar (SII. 2040m- 90).

C. SITUASI INDUSTRI AIR MINUM DALAM KEMASAN

Dewasa ini secara keseluruhan terdapat sekitar 93 perusahaan-Air Minum Dalam Kemasan diseluruh Indonesia.

Dari jumlah tersebut, 19 perusahaan berada di Jawa Timur, 11 perusahaan diantaranya sudah mendapatkan sertifikat tanda SII.

Masih sedikitnya perusahaan yang bersertifikat itu karena masih cukup banyak industri Air Minum Dalam Kemasan yang belum melemparkan produksinya ke pasaran.

Selain untuk pasaran nusantara, tercatat ekspor komoditas ini yang pertama dilakukan sejak Th. 1987 ke Singapura dengan nilai 11.895 dollar AS.

Pada Th. 1988 pembeli bertambah menjadi Singapura, Taiwan, Brunei dan negara-negara Asia Selatan dan Tenggara dengan nilai masing-masing 19.093 dollar AS, 19.737 dollar AS dan 35.000 dollar AS.

Setahun kemudian (1989) ekspor menembus pasar Eropa dengan Belanda sebagai pembeli bernilai 32.400 dollar AS, disamping ekspor menegros pasar Australia.

Pasar dalam negeri mempunyai prospek yang cukup mengembirakan walau persaingan antar produsen cukup ketat.

Beberapa waktu yang lampau dipasar beredar Air Minum Dalam Kemasan dalam keadaan rusak dan ditemukan mengandung sejumlah kuman yang melebihi ketentuan.

Meski ditingkat produksi mutu Air Minum Dalam Kemasan sudah memenuhi syarat SII, namun bukan tidak mungkin kerusakan terjadi ditingkat pengecer. Ketidaktahuan pedagang eceran mengenai cara penyimpanan yang benar, memicu cepat rusaknya komoditas dengan kemasan dari plastik PVC dan polikarbon ini.

Penempatan barang tersebut sangat pegang peranan penting. Bila kena panas matahari langsung ia akan berbau plastik. Sedangkan bila ditempatkan didekat benda-benda lain yang menimbulkan bau misalnya minyak tanah, terasi, sabun dan lain-lain, maka bau tersebut akan menular kedalam Air Minum Dalam Kemasan.

D. TANGGAL DALUWARSA.

Tanggal daluwarsa adalah saat sesudah tanggal tersebut lewat, makanan atau minuman tidak boleh lagi dimakan atau diminum.

Ada 3 hal penting yang berkaitan dengan tanggal daluwarsa :

1. Lama waktu antara makanan atau minuman diproduksi sampai dengan dikonsumsi.
2. Mutu bahan-bahan yang digunakan.
3. Cara penyimpanan sebelum dikonsumsi (dimakan atau diminum).

Hingga kini pada label produk Air Minum Dalam Kemasan belum ada yang dicantumkan tanggal daluwarsa.

Silang pendapat terjadi tentang perlu tidaknya pencantuman tersebut.

Yayasan Lembaga Konsumen dan GAPMMI (Gabungan Pengusaha Makanan - Minuman) mengatakan perlu, sedangkan Departemen Kesehatan menganggapnya tidak perlu.

Menurut Peraturan Menteri Kesehatan No. 180/Men. Kes/Per/IV/1985 yang harus diberi tanggal daluwarsa adalah Susu pasteurisasi, Susu steril, Susu fermentasi, Susu bubuk, makanan atau minuman yang mengandung susu, makanan bayi dan makanan (bukan minuman) kaleng yang steril komersial.

Untuk mengantisipasi keadaan tersebut diatas diperlukan data hasil penelitian yang berkaitan dengan tanggal daluwarsa.

B A B. III

PELAKSANAAN PERCOBAAN

A. B A H A N.

Air Minum Dalam Kemasan volume 220 ml. dalam kemasan gelas plastik - (cup) dan volume 500 ml. dalam kemasan botol plastik dari merk - yang sama. Contoh langsung diperoleh dari pabrik sehingga diketahui dengan pasti tanggal diproduksi.

B. PEREAKSI DAN MEDIA.

Seperti tercantum dalam SII. 2459 - 90, Cara Uji Air Minum Dalam Kemasan (lihat lampiran).

C. PERALATAN

Seperti tercantum dalam SII. 2459 - 90, Cara Uji Air Minum Dalam Kemasan (lihat lampiran).

D. CARA KERJA

1. Analisis contoh yang baru diperoleh dari pabrik (produksi baru) sesuai dengan SII. 2040 - 90, Air Minum Dalam Kemasan.

2. Contoh yang memenuhi syarat SII. 2040 - 90, lalu ditempatkan dalam ruangan terbuka pada suhu kamar.

Penempatan diatur sedemikian rupa menyerupai penempatan pada toko toko penjual minuman dan warung-warung, bebas dari pengaruh sinar matahari langsung.

Selang sebulan sekali terhadap contoh dilakukan analisa meliputi :

- Bau dan rasa

- p H

- Kesadahan

- Zat organik

- Angka lempeng total

- Coliform

- Jamur

Satu contoh dibiarkan sebagai kontrol.

B A B. IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. HASIL ANALISIS CONTOH SESUAI SII. 2040 - 90.

1. Kemasan 220 ml.

Tabel : 4

Hasil Analisis sesuai SII. 2040-90

No.	Kriteria Uji	Hasil Uji	Syarat Standar Industri Indonesia No. 2040 - 90
1.	Keadaan :		
	- Bau	tidak berbau	tidak berbau
	- R a s a	tidak berbau	tidak berasa
	- W a r n a (Unit Pt. Co)	0	maks. 2,5
2.	p H	7,2	6,5 - 8,5
3.	Kekeruhan NTU	-	maks. 5
4.	Kesadahan dihitung CaCO_3 mg/l	110	maks. 170
5.	Zat yang terlarut mg/l	177	maks. 500
6.	Zat Organik (sebagai angka KMnO_4 mg/l)	neg.	maks. 1,0
7.	Nitrat (NO_3) mg/l	t.t.	tidak ternyata
8.	Nitrit (NO_2) mg/l	t.t.	tidak ternyata
9.	Ammonium (NH_4) mg/l	t.t.	tidak ternyata
10.	Sulfat (SO_4) mg/l	1,84	maks. 200
11.	Sulfida mg/l	t.t.	tidak ternyata
12.	Klorida (Cl) mg/l	1,20	maks. 250
13.	Fluorida (F) mg/l	t.t.	maks. 1,0
14.	Sianida (CN) mg/l	t.t.	maks. 0,05
15.	B e s i (Fe) mg/l	t.t.	maks. 0,1
16.	Mangan (Mn) mg/l	t.t.	maks. 0,05
17.	Klor bebas mg/l	t.t.	tidak ternyata

No.	Kriteria Uji	Hasil uji	Syarat Standar Industri Indonesia No. 2040 - 90
18.	Ceramanan logam :		
	- Timbal (Pb) mg/l	t. t.	maks. 0,05
	- Tembaga (Cu) mg/l	t. t.	maks. 0,5
	- Cadmium (Cd) mg/l	-	maks. 0,01
	- Raksa (Hg) mg/l	t. t.	maks. 0,001
19.	Arsen (As) mg/l	t. t.	maks. 0,05
20.	Cemaran mikroba :		
	- Angka lempeng total awal koloni/ml	23	maks. $1,0 \times 10^2$
	- Angka lempeng total akhir/dipasaran koloni/ml	-	maks. $1,0 \times 10^4$
	- Bakteri Coliform APM/100 ml	neg.	< 2,2
	- E. Coli	neg.	negatif/100 ml
	- C. perfringens	neg.	negatif/100 ml
	- Salmonella	neg.	negatif/100 ml.

Catatan : Neg. = Negatif
t. t. = Tidak ternyata

Dari data diatas dapat disimpulkan bahwa contoh dalam kemasan gelas - plastik berisi air 220 ml. memenuhi syarat SII. 2040 - 90.

2. Kemasan 500 mL

Tabel : 5

Hasil analisis sesuai SIL 2040-90

No.	Kriteria Uji	Hasil Uji	Syarat Standar Industri Indonesia No. 2040-90
1	2	3	4
1.	Kedaaan :		
	- B a u	tidak berbau	tidak berbau
	- R a s a	tidak berasa	tidak berasa
	- W a r n a (Unit Pt. Co)	0	maks. 2,5
2.	p H	7,2	6,5 - 8,5
3.	Kekeruhan NTU	-	maks. 5
4.	Kesadahan dihitung CaCO ₃ mg/l	110	maks. 170
5.	Zat yang terlarut mg/l	200	maks. 500
6.	Zat Organik (sebagai angka KMnO ₄) mg/l	neg.	maks. 1,0
7.	Nitrat (NO ₃) mg/l	t.t.	tidak ternyata
8.	Nitrit (NO ₂) mg/l	t.t.	tidak ternyata
9.	Ammonium (NH ₄) mg/l	t.t.	tidak ternyata
10.	Sulfat (SO ₄) mg/l	2,10	maks. 200
11.	Sulfida mg/l	t.t.	tidak ternyata
12.	Klorida (Cl) mg/l	1,92	maks. 250
13.	Fluorida (F) mg/l	t.t.	maks. 1,0
14.	Sianida (CN) mg/l	t.t.	maks. 0,05
15.	Besi (Fe) mg/l	t.t.	maks. 0,1
16.	Mangan (Mn) mg/l	t.t.	maks. 0,05
17.	Klor bebas mg/l	t.t.	tidak ternyata
18.	Ceramaran logam :		
	- Timbal (Pb) mg/l	t.t.	maks. 0,05
	- Tembaga (Cu) mg/l	t.t.	maks. 0,5
	- Cadmium (Cd) mg/l	-	maks. 0,01
	- Raksa (Hg) mg/l	t.t.	maks. 0,001

1	2	3	4
19.	Arsen (As) mg/l	t.t.	maks. 0,05
20.	Cemaran mikroba :		
	- Angka lempeng total awal koloni/ml	44	maks. $1,0 \times 10^2$
	- Angka lempeng total akhir/ dipasaran koloni/ml.	-	maks. $1,0 \times 10^4$
	- Bakteri Coliform APM/100 ml	neg	< 2,2
	- E. Coli	neg.	negatif/100 ml
	- C. Perfringens	neg.	negatif/100 ml
	- Salmonella	neg.	negatif/100 ml.

Catatan : neg. = Negatif
t.t. = Tidak ternyata

Data diatas menunjukkan bahwa contoh dalam kemasan botol plastik berisi 500 ml., memenuhi syarat SII. 2040 - 90.

B. HASIL ANALISIS CONTOH SETIAP BULAN

Setelah dianalisis lengkap sesuai dengan SII. 2040 - 90, kedua contoh setiap bulan kemudian dianalisis.
Menurut rencana analisis dilakukan sampai satu tahun, namun karena bulan Maret merupakan akhir tahun anggaran, untuk sementara data yang di laporkan sampai bulan Maret (bulan ke delapan sejak contoh disimpan).
Data selanjutnya akan disusulkan dalam bentuk Suplemen.

Berikut ini hasil analisis contoh kemasan 220 ml. selama tujuh bulan.

Tabel : 6

Tabel : 6

Hasil analisis contoh kemasan 220 ml.

No.	Kriteria Uji	Bulan Satuan	I	II	III	IV	V	VI	VII
			1.	Keadaan :					
	B a u	-	t. b. b.	t. b. b.	t. b. b.	t. b. b.	t. b. b.	t. b. b.	t. b. b.
	- R a s a	-	t. b. r.	t. b. r.	t. b. r.	t. b. r.	t. b. r.	t. b. r.	t. b. r.
2.	p H	-	7,20	7,20	7,20	7,10	7,10	7,35	7,20
3.	Kesadahan, dihitung sebagai CaCO ₃	mg/l	110	112	112	112	116	112	114
4.	Zat Organik	mg/l	t. t.	t. t.	0,63	t. t.	0,13	t. t.	0,32
5.	Cemaran mikroba :								
	- A L T	koloni/ml	23	2	0	26	84	8	24
	- Coliform	APM/100 ml	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.
	- Jamur	koloni/ml	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.

Keterangan : t. b. b. = tak berbau
t. b. r. = tak berasa
t. t. = tak ternyata
neg. = negatif

Data diatas menunjukkan bahwa dalam penyimpanan sampai tujuh bulan keadaan contoh tetap tidak berasa dan tidak berbau, dengan pH antara 7,10 sampai 7,35.

kesadaban berkisar antara 110 sampai 116 mg/l ; Zat organik antara tidak ternyata sampai 0,63 mg/l.

Angka lempeng total (ALT) berkisar antara 0 sampai 84 koloni/ml.

Angka-angka menunjukkan bahwa terdapat ketidak teraturan jumlah cemaran mikroba. Hal ini dikarenakan wadah yang digunakan sebagai kemasan tidak sama sehingga sterilisasinya sangat berpengaruh terhadap isi.

Bakteri bentuk Coli (Coliform) maupun jamur tidak diketemukan.

Dengan demikian contoh tersebut masih memenuhi syarat SII. 2040 - 90.

Hasil analisis kemasan 500 ml. sebagai berikut :

Tabel : 7

Tabel : 7

Hasil analisis contoh kemasan 500 ml.

No.	Kriteria Uji	Bulan Satuan	I	II	III	IV	V	VI	VII
			1.	Keadaan :					
	- B a u	-	t. b. b.	t. b. b.	t. b. b.	t. b. b.	t. b. b.	t. b. b.	t. b. b.
	- R a s a	-	t. b. r.	t. b. r.	t. b. r.	t. b. r.	t. b. r.	t. b. r.	t. b. r.
2.	p H	-	7,20	7,20	7,20	7,00	7,00	7,23	7,31
3.	Kesadahan, dihitung sebagai CaCO ₃	mg/l	110	110	110	110	116	114	114
4.	Zat organik	mg/l	t. t.	t. t.	0,95	t. t.	t. t.	t. t.	0,60
5.	Cemaran mikroba :								
	- A L T	koloni/ml	44	65	95	124	5	3	0
	- Coliform	APM/100 ml	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.
	- Jamur	koloni/ml	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.	neg.

Keterangan : t. b. b. = tak berbau
t. b. r. = tak berasa
t. t. = tak ternyata
neg. = negatif

Data tersebut diatas menunjukkan bahwa sampai tujuh bulan -- dalam penyimpanan, keadaan contoh tetap tidak berasa dan tidak berbau, dengan pH 7,00 sampai 7,31.

Kesadahan berkisar antara 110 sampai 116 mg/l.

Zat organik dari tak ternyata hingga 0,95 mg/l.

Angka lempeng total (A L T) menyatakan diketemukan sejumlah bakteri yang cenderung meningkat sampai bulan keempat (44 - 124 - koloni/ml.), namun pada bulan-bulan berikutnya ternyata menurun - (124 - 0 koloni/ml.).

Angka-angka tersebut menunjukkan pengaruh sterilisasi masing-masing kemasan berpengaruh terhadap isinya.

Secara keseluruhan jumlah bakteri masih memenuhi persyaratan yang ditetapkan, karena angka lempeng total produk yang beredar di pasaran maksimum 10.000 koloni/ml.

Bakteri bentuk Coli (Coliform) dan jamur tidak diketemukan dalam contoh.

Dengan demikian setelah disimpan selama tujuh bulan, mutu contoh - masih tetap memenuhi persyaratan SII. 2040 - 90.

Menurut data yang berhasil dihimpun dari berbagai sumber, masa distribusi air minum dalam kemasan, sejak diproduksi hingga terjual habis dipasaran oleh pedagang-pedagang eceran, menghasilkan waktu sekitar 3 - 4 bulan.

Bila dibanding dengan hasil penelitian, dalam penyimpanan selama - tujuh bulan mutu produk masih baik ; berarti bahwa apabila ditingkat produksi mutu memenuhi syarat SII. kemudian penanganan selama - transportasi, penyimpanan/penjualan baik dan benar, tidak diperlukan pencantuman waktu daluwarsa pada label.

B A B V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. KESIMPULAN

1. Air Minum Dalam Kemasan gelas plastik berisi 220 ml. dan botol - plastik berisi 500 ml. pada tingkat produksi memenuhi syarat SII. 2040 - 90, dalam penyimpanan suhu kamar, tidak bebas debu namun - tidak kena sinar matahari langsung (diatur sedemikian rupa seperti pada pedagang eceran) ; selama tujuh bulan mutunya masih memenuhi syarat SII. 2040 - 90.
2. Fluktuasi kandungan bakteri menunjukkan sterilitas kemasan sangat berpengaruh.
3. Bila penanganan selama transportasi dan distribusi baik dan benar tidak diperlukan pencantuman tanggal kadaluarsa pada label, mengingat masa distribusi antara 3 - 4 bulan.

B. S A R A N

1. Kemasan yang digunakan hendaknya benar-benar steril, agar tidak - mempengaruhi isinya.
2. Petunjuk cara penyimpanan yang benar agar diberikan kepada pedagang untuk menghindari cepat rusaknya atau terjadi kontaminasi.

DAFTAR PUSTAKA

1. Anonimous : SII. 2040 - 87, Air Minum Dalam Kemasan, Departemen - Perindustrian, Jakarta, 1987.
2. Anonimous : SII. 2040 - 90, Air Minum Dalam Kemasan, Departemen - Perindustrian, Jakarta, 1990.
3. Anonimous : SII. 2459 - 90, Cara Uji Air Minum Dalam Kemasan, De- partemen Perindustrian, Jakarta, 1990.
4. Anonimous : S.K. Direktur Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan - Departemen Kesehatan R.I., Nomor : 03726/B/SK/VII/89, Tentang Batas Maksimum Cemaran Mikroba Dalam Makanan, Jakarta, 1989.
5. Gainey and Lord : Microbiology of water and sewage, Prentice hall inc. - New Jersey, 1952.
6. Pearson D. : The Chemical analysis of foods, Chemical Publ. Co. - New York, 1971.
7. Winarno : Air untuk industri pangan PT. GRAMEDIA, JAKARTA, 1986.

UDC. 663



CARA UJI
AIR MINUM DALAM KEMASAN

SII. 2459 - 90

REPUBLIK INDONESIA
DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN

PENDAHULUAN

Standar Cara Uji Air Minum Dalam Kemasan ini disusun berdasarkan hasil rapat TTSI Makanan/Minuman.

Penyusunan SII Cara Uji ini dimaksudkan untuk lebih menyederhanakan dan penghematan di segala bidang, mengingat ada 51 buah SII Makanan/Minuman yang direvisi, disusun pada saat yang sama.

Konsep SII Cara Uji ini disusun berdasarkan :

1. A.O.A.C, Official Methods of Analysis (1984)
2. Pearson's Chemical Analysis of Foods (1981)
3. Cara Uji Standar Industri Indonesia untuk komoditi yang bersangkutan
4. Laporan Sidang Pleno IX Panitia Kodek Makanan Indonesia, Departemen Kesehatan, 1983
5. I.C.M.S.F (International Commission Microbiological Specification for Foods)
6. Compendium of Methods for the Microbiological Examination of Food, 1976
7. Standard Methods for Examination of Water and Wastewater 14 th ed, 1975 PPHA - ANWA - SPCF
8. Hasil-hasil penelitian pengujian.

CARA UJI AIR MINUM DALAM KEMASAN

1. PERSIAPAN CONTOH

Persiapan contoh sesuai SII 2453 - 90, *Cara Uji Makanan dan Minuman*, butir 4.

2. KEADAAN

2.1. Warna.

2.1.1. Prinsip

Pemeriksaan warna ditentukan dengan membandingkan warna contoh dengan larutan baku warna yang diketahui konsentrasinya.

Di dalam metoda ini standar warna yang dipergunakan adalah larutan platina cobalt (Pt-Co) dengan satuan unit warna Pt-Co.

2.1.2. Peralatan

- a. Tabung nesler, skala 50 ml (untuk larutan baku dan cuplikan).
- b. pH meter, untuk menentukan pH contoh.
- c. Gelas ukur 100 ml (untuk HCl).
- d. Labu takar 100 ml (untuk persiapan standard).
- e. Pipet ukur.

2.1.3. Pereaksi

Larutan standar

Larutkan 1.246 gr kalium kloroplatinat, K_2PtCl_6 (ekivalen dengan 500 mg logam platina) dan 1.00 kobalt klorida, $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ (ekivalen dengan 250 mg kobalt) dalam air suling dan 100 ml HCl pekat, encerkan menjadi 1000 ml dengan air suling. Larutan baku tersebut mempunyai skala warna 500 unit.

2.1.4. Cara kerja

- 1). Siapkan standar-standar dengan skala warna 1, 2,5, 5, 10, 15, 20 unit yang didapat dari larutan baku dengan skala warna 500 unit sebanyak masing-masing 0,1;0,25;0,5;1,0;1,5;2,0 dan diencerkan sampai 50 ml di dalam tabung nesler. Hindarkan larutan baku ini dari penguapan dan kontaminasi.
- 2). Pipet 50 ml cuplikan yang akan diperiksa ke dalam tabung nesler dan bandingkan dengan standar-standar.
Hasil dilaporkan pada pH terukur.

2.2. Bau dan Rasa

2.2.1. Prinsip

Tidak menunjukkan bau, warna dan rasa yang tidak normal.

2.2.2. Cara kerja

Diuji secara organoleptik.

3. pH

3.1. Prinsip

Metode pengukuran pH secara elektrometrik berdasarkan pengukuran aktifitas ion hidrogen dengan menggunakan metoda pengukuran secara potentiometrik dengan elektroda gelas hidrogen sebagai standar primer dan elektroda kalomel atom perak klorida sebagai pembanding.

3.2. Peralatan

- pH meter
- Elektroda gelas
- Elektroda pembanding
- Pengaduk magnetik
- Gelas piala

3.3. Pereaksi

Larutan baku pH (Buffer yang berbeda-beda, yaitu : 4, 7, 9)

3.4. Cara Kerja

- 1). Kalibrasi alat : Kalibrasi dengan larutan buffer setiap kali akan melakukan pengukuran.
- 2). Pengukuran cuplikan : Celupkan elektroda yang telah dibersihkan dengan air suling ke dalam cuplikan yang akan diukur pH nya Catat dan baca harga pH.

4. Kekeruhan

4.1. Metoda Nephelometrik

4.1.1. Prinsip

Membandingkan intensitas cahaya dari cuplikan dengan intensitas cahaya dari suspensi standar pada kondisi tertentu.

4.1.2. Peralatan.

- Turbidimeter (Nephelometer)
- Tabung Nephelometer
- Labu takar

4.1.3. Pereaksi

- 1). Larutan Baku Kekeruhan
(Larutan I)

Larutan 1,0 hidrasin sulfat $(\text{NH}_2)_2 \text{H}_2\text{SO}_4$ dalam air suling, kemudian encerkan sampai 100 ml dalam labu ukur.

- 2). Larutan II

Larutkan 10,0 g hexameten tetramin $(\text{CH}_2)_6 \text{N}_4$ di dalam air suling, kemudian encerkan sampai 100 ml dalam labu takar. Campurkan 5,0 ml larutan I dengan 50 ml larutan II ke dalam 100 ml labu takar. Piarkan selama 24 jam pada suhu $25 \pm 3^\circ\text{C}$. Encerkan sampai tanda garis dan kocok.

- 3). Suspensi Standar Kekeruhan

Encerkan 10,0 ml suspensi kekeruhan yang mempunyai nilai kekeruhan 400 NTU dengan air bebas kekeruhan. Suspensi ini pada waktu dipakai dalam keadaan segar dan kekeruhan dari larutan ini adalah 40 NTU.

4). Pengenceran Suspensi Standar

Encerkan suspensi standar dengan air bebas kekeruhan sesuai dengan yang diperlukan.

4.1.4. Cara Kerja

1). Kalibrasi alat :

Alat *Nephelometer* dikalibrasi dengan beberapa standar kekeruhan.

2). Kocok cuplikan dengan sempurna kemudian diamkan sampai gelembung air hilang, kemudian tuangkan cuplikan ke dalam tabung *Nephelometer*.3). Baca nilai kekeruhan pada skala alat tersebut. Untuk cuplikan yang derajat kekeruhan >40 , maka cuplikan diencerkan dengan air bebas kekeruhan sampai mencapai kekeruhan 30-40 NTU.

4.2. Metoda Fotometrik

4.2.1. Prinsip

Penetapan kekeruhan dengan cara fotometrik adalah membandingkan kekeruhan cuplikan dengan standar kekeruhan, yaitu larutan suspensi silikat (SiO_2).

4.2.2. Peralatan

- Lumetron fotometrik atau spektrofotometer pada >420 nm.
- Filter
- Tabung cuplikan

4.2.3. Pereaksi

Larutan standar SiO_2 .

Larutkan 1,0 g "fuller earth" dengan kehalusan 200 mesh dengan air suling dan himpitkan sampai 1 liter. Larutan ini merupakan larutan stok yang memiliki kekeruhan 1000 skala SiO_2 (ppm)

Untuk membuat larutan baku, larutkan 100 ml larutan stok menjadi 1000 ml. Larutan baku ini memiliki kekeruhan 100 ppm. Buat larutan-larutan baku yang memiliki kekeruhan 1 ; 2,5 ; 5; 10 ppm.

4.2.4. Cara Kerja

- 1). Buat kurva kalibrasi transmisi lawan konsentrasi larutan-larutan baku.
- 2). Kocok cuplikan yang akan ditetapkan kekeruhannya.
- 3). Masukkan cuplikan ke dalam tabung sampai tanda batas. Simpan cuplikan tersebut pada "sample holder".
- 4). Nyalakan lumetron fotometrik.
- 5). Segera seimbangkan intensitas cahaya pada titik tengah dengan cara memutar tombol (meng "adjust") yang tersedia sampai diperoleh intensitas cahaya yang merata.
- 6). Baca transmisi skala yang ditunjukkan
- 7) Pembacaan skala yang dicatat diplotkan pada kurva kalibrasi, sehingga diperoleh kekeruhan cuplikan (dalam ppm SiO_2).

5.4. Cara Kerja

Pipet 50 ml cuplikan ke dalam erlenmeyer.

Tambahkan 1-2 ml larutan buffer. Tambahkan 1-2 tetes indikator. Titar dengan larutan baku EDTA hingga warna merah hilang. \rightarrow merah \rightarrow biru

$$v \times w \times 1000$$

Kesadahan sebagai mg CaCO_3 /l

ml cuplikan

v = ml titrasi, EDTA yang diperlukan.

w = mg CaCO_3 yang setara dengan 1 ml EDTA. 0.01 M.

6. ZAT YANG TERLARUT

6.1. Prinsip

Cuplikan diuapkan pada piringan porselen/platina dan dikeringkan dalam oven pada temperatur ($104 \pm 1^\circ\text{C}$) sampai bobot tetap.

Berat residu dalam cawan adalah total zat yang terlarut.

6.2. Peralatan

- Penagas air
- Oven
- Piringan
- Pipet
- Desikator
- Timbangan analitik

6.3. Cara Kerja

6.3.1. Panaskan cawan yang bersih dalam oven pada 105°C selama 1 jam. Dinginkan selama 15 menit dalam desikator dan timbang. *Sp. bobot tetap*

6.3.2. Kocok cuplikan dan saring dengan saringan milipore 0.45 mikromos, kemudian pipet 50 ml ke dalam cawan yang telah diketahui bobotnya.

6.3.3. Uapkan di atas penagas air pada suhu kurang dari 100°C .

6.3.4. Keringkan dalam oven pada suhu (104 ± 1) $^\circ\text{C}$ sampai bobot tetap.

Perhitungkan :

$$\text{mg/l zat yang terlarut} = \frac{(W - W_1) \times 1000}{\text{ml cuplikan}}$$

W = berat cawan + residu

W_1 = berat cawan kosong

⑦ ZAT ORGANIK (sebagai angka KMnO_4)

7.1. Prinsip

Zat organik di dalam air dioksidasi dengan KMnO_4 . Sisa KMnO_4 direduksi oleh asam oksalat berlebih. Kelebihan asam oksalat dititrasi kembali dengan KMnO_4 .

7.2. Peralatan

- Erlenmeyer
- Stop-watch
- Penangas air
- Pipet 10 ml
- Perlengkapan titrasi

7.3. Pereaksi

7.3.1. Asam sulfat 8 N bebas zat organik.

Ke dalam lebih kurang 500 ml air suling tuangkan sedikit demi sedikit H_2SO_4 pekat sebanyak 222 ml sambil diaduk, tepatkan menjadi 1000 ml dengan air suling. Kemudian ke dalam larutan ini tetesi larutan $KMnO_4$ 0,01N sampai terjadi warna merah jambu, panaskan selama 10 menit pada temperatur $\pm 80^\circ C$. Bila warna hilang selama pemanasan, tetesi kembali dengan $KMnO_4$ 0,01N sampai warna merah jambu stabil.

7.3.2. Asam oksalat 0,1N

6,302 g asam oksalat, $(COOH)_2 \cdot 2H_2O$ dilarutkan dalam 1000 ml air suling atau 6,70 g Na-oksalat $(COONa)_2$ dilarutkan dalam 25 ml H_2SO_4 yang telah diencerkan dan sesudah dingin kemudian encerkan sampai 1000 ml.

7.3.3. Asam oksalat 0,01N.

Dibuat dari larutan 0,1N.

Pipet 50 ml ke dalam labu takar 500 ml, encerkan dengan air suling dan impitkan sampai tanda garis.

7.3.4. Kalium permanganat 0,1N

Larutkan 3,160 g $KMnO_4$ di dalam air suling sampai dengan 1000 ml.

7.3.5. Kalium permanganat 0,01N

Dibuat dari larutan 0,1N.

Pipet 50 ml ke dalam labu takar 500 ml, encerkan dengan air suling dan impitkan sampai tanda garis. Larutan tersebut kemudian distandarkan dengan titrasi menggunakan asam oksalat 0,01N sebagai berikut : Panaskan 100 ml air dengan asam sulfat 8N di dalam erlenmeyer sampai temperatur $60^\circ C$. Tambah 10 ml asam oksalat 0,01N dan titrasi dengan larutan kalium permanganat yang telah dibakukan (0,01N).

$$\text{Perhitungan normalitas larutan Kalium Permanganat : } \frac{1}{10p}$$

p = ml $KMnO_4$ yang diperlukan

Penentuan Normalitas dilakukan setiap penetapan

7.3.6. Kalium permanganat 0,01N (alkalis).

Larutkan 16 g NaOH didalam 1000 ml $KMnO_4$ 0,01N. Didihkan 1 jam, dinginkan dan tepatkan volume hingga 1000 ml.

Perhitungan normalitas larutan Kalium Permanganat :

1

10p

p = ml $KMnO_4$ yang diperlukan

Penentuan Normalitas dilakukan setiap penetapan

7.5. Cara Kerja

7.5.1. Metoda asam

- Pipet 100 ml contoh ke dalam erlenmeyer 300 ml.
- Tambahkan $KMnO_4$ 0,01 N sehingga timbul warna merah muda.
- Tambahkan 5 ml H_2SO_4 8N dan beberapa butir batu didih. Campuran tersebut dipanaskan cepat sampai mendidih. Bila terdapat bau H_2S , pendidihan diteruskan beberapa menit.
- Tambahkan 10,0 ml baku $KMnO_4$ dan teruskan pemanasan sampai mendidih. Pendidihan dilakukan dengan hati-hati selama 10 menit.
- Tambahkan segera 10,0 ml asam oksalat 0,01N. Kelebihan asam oksalat dititrasi dengan baku $KMnO_4$ 0,01N sampai timbul warna merah muda.
- Apabila memerlukan baku $KMnO_4$ 0,01N lebih dari 7 ml, maka pemeriksaan diulangi dengan volume contoh air yang lebih sedikit dan diencerkan menjadi 100 ml.

7.5.2. Metoda alkalis

- Pipet 100 ml contoh air (bila perlu yang telah disaring) tuangkan ke dalam erlenmeyer 300 ml. Tambahkan $KMnO_4$ 0,01N sampai timbul warna merah muda. Tambahkan beberapa tetes H_2SO_4 dan batu didih. Panaskan cepat sampai mendidih, apabila timbul bau H_2S pendidihan diteruskan beberapa menit.
- Tambahkan 10,0 ml baku $KMnO_4$ 0,01N (alkalis) dan teruskan pemanasan sampai mendidih. Pendidihan dilakukan dengan hati-hati selama 10 menit.
- Tambahkan 5 ml H_2SO_4 8N dan 10,0 ml asam oksalat 0,01N dengan hati-hati, kemudian rendam wadah erlenmeyer di dalam air dingin selama 1 menit.
Kelebihan asam oksalat dititrasi dengan baku $KMnO_4$ 0,01N (alkalis) sampai timbul warna merah muda.
- Apabila memerlukan baku $KMnO_4$ 0,01N lebih dari 7 ml, maka pemeriksaan diulangi dengan volume contoh air yang lebih sedikit dan diencerkan menjadi 100 ml.

Perhitungan Nilai Permanganat :

$$mg\ KMnO_4/liter = \frac{(10 \times \frac{V_1}{V_2})N_1 - (10 \times N_2) \times 31,6 \times 1000}{V}$$

V_1 = ml KMnO_4 0,01N yang dibutuhkan pada titrasi.

N = normalitas KMnO_4 yang sebenarnya.

N_2 = normalitas asam oksalat.

V = ml contoh yang digunakan.

Apabila terdapat nitrit, maka nilai KMnO_4 dikurangi 1,4 ml/liter untuk kadar nitrit 1mg/liter.

8. NITRAT (NO_3^-)

8.1. Prinsip

Reaksi antara nitrat dan *brucine* akan menghasilkan warna kuning yang dapat digunakan untuk menduga adanya nitrat secara spektrofotometrik.

Intensitas warna yang terjadi diukur pada panjang gelombang 410 nm.

8.2. Peralatan

- Spektrofotometer
- Pipet pengaman
- Rak kawat
- Penangas air
- Tabung reaksi yang berukuran 2,5 x 15 cm.

8.3. Pereaksi

- Larutan standar nitrat.

Larutkan 0,7218 g KNO_3 hidrat dalam air suling encerkan dengan sedikit air kemudian selanjutnya tepatkan sampai 1 liter (1 ml = 0,1 mg NO). Siapkan larutan baku dengan mengencerkan 100 ml larutan di atas sampai 1000 ml dengan air suling (1 ml = 0,01 mg N).

- Larutan natrium arsenit (NaAsO_2) 0,028 N.

Larutkan 1,83 g NaAsO_2 dalam 1 liter air suling. Larutan ini dapat dibuat setiap 6 bulan, hati-hati jangan sampai terisap.

- Pereaksi Brucin

Larutkan 1 g *Brucin sulphate* dari 0,1 g asam sulfanilat dalam kira-kira 70 ml air suling yang telah dididihkan. Tambahkan 30 ml HCl dinginkan, tepatkan sampai 100 ml. Larutan ini stabil untuk beberapa bulan. Warna merah jambu timbul selama penyimpanan tetapi hal ini tidak mempengaruhi larutan.

- Larutan asam sulfat

Dengan hati-hati tambahkan 500 ml asam sulfat pekat ke dalam 75 ml air suling. Diamkan pada suhu kamar sebelum dipergunakan. Tutup dengan baik agar tidak terjadi penyerapan air dari udara.

8.4. Cara Kerja

8.4.1. Persiapan analisis

Bila contoh mengandung sisa klorin hilangkan dengan penambahan 0,05 ml larutan NaAsO_2 untuk setiap 0,1 ml Cl, kemudian kocok.

8.4.2. Penyediaan larutan baku

Buat larutan nitrat antara 0,1 - 1,0 mg/1N dengan mengencerkan 1,0; 2,0; 4,0; 7,0 dan 10 ml larutan baku menjadi 10 ml.

8.5.3. Pewarnaan

- Atur tabung-tabung reaksi di dalam rak kawat sedemikian rupa sehingga tiap tabung dikelilingi oleh ruang yang kosong.
 - Masukkan 10,0 ml air suling untuk blanko, standar dan contoh.
 - Tempatkan rak dalam bak yang berisi air dingin bila contoh mengandung klorida tinggi, maka standar dan blanko ditambah NaCl
 - Ke dalam tiap-tiap tabung tambahkan 2 ml larutan NaCl 3%. kemudian kocok.
 - Tambahkan 10 ml larutan H_2SO_4 dan 0,5 ml larutan Brucine Sulfanilat, kemudian kocok.
 - Pindahkan rak ke dalam penangas air yang mempunyai temperatur paling sedikit $95^{\circ}C$ dan diamkan selama 20 menit.
 - Pindahkan lagi rak ke dalam bak yang berisi air dingin.
 - Bila keseimbangan panas telah dicapai (temperatur kamar) keringkan tabung-tabung tersebut dengan kertas tissue. 8.5.4.
- Pembacaan Spektrofotometer.
Baca absorpsi dari standar dan contoh terhadap blanko pada panjang gelombang 410 nm.

8.5.4. Perhitungan

Perhitungan konsentrasi nitrat dapat dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi dari persamaan garis regresi linier.

Keterangan :

Metoda brucine untuk konsentrasi NO_3 antara 0,1 - 2 mg N NO_3 /liter. Apabila menggunakan metoda brucine-sulfat dengan contoh yang mengandung 1,1 mg/l - 0,25 mg/liter nitrat hidrogen memberikan standar deviasi $\pm 0,49$ mg/liter nitrogen.

9. NITRIT (NO_2)

9.1. Prinsip

Pengukuran kadar Nitrit ditentukan dengan warna ungu ke merah-merahan yang diperoleh dari campuran asam sulfanilat dengan Naptilamin hidroklorida pada pH 2 - 2,5. Warna yang dihasilkan diukur pada panjang gelombang 540 nm.

9.2. Peralatan

- Spektrofotometer
- Pipet
- Labu ukur

9.3. Preaksi

- Air bebas nitrit
Ke dalam 1 liter air suling tambahkan sedikit kristal $KMnO_4$ dan alkali seper-

ti barium/kalsium hidroksida. Destilasi kembali 50 ml sulingan pertama dibuang. Tampung destilat, selanjutnya yang bebas permanganat.

— Pereaksi Naftilamin hidroklorida dalam air suling yang telah ditambah 1 ml HCl pekat. Encerkan sampai 100 ml dengan air suling dan kocok dengan baik. Pereaksi akan menjadi tidak berwarna dan endapan akan terbentuk setelah 1 minggu, tetapi pereaksi ini masih dapat digunakan. Pereaksi agar disimpan dalam lemari es tetapi bila mau dipakai harus disaring terlebih dahulu.

— Larutan buffer natrium asetat 2 N.

Larutkan 16,4 g natrium asetat (CH_3COONa) atau 27,2 g garam trihidratnya ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dalam air suling dan encerkan sampai 100 ml.

Saring jika diperlukan.

— Larutan baku natrium nitrit

Larutkan 0,2463 g natrium nitrit anhidrat (NaNO_2) dalam air suling bebas nitrit. Kemudian encerkan sampai 1000 ml (1 ml = 0,05 mg N). Tambahkan 1 ml kloroform untuk pengawetnya.

— Larutan baku natrium nitrit

Encerkan 10 ml larutan baku natrium nitrit sampai 1000 ml dengan air suling bebas nitrit (1 ml = 0,005 mg N).

— Larutan Amonium hidroksida.

Larutkan 125 mg $\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ atau $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ dalam 1 liter air suling. Panaskan sampai 60°C dengan mengadukan perlahan-lahan tambahkan 55 ml NH_3 pekat. Biarkan sampai 1 jam. Tambahkan air dan ambil larutannya, kemudian cuci endapan dengan air dan didekantasi sampai bebas amonia, klorida, nitrit dan nitrat.

Buat suspensi aluminium hidroksida menjadi 1000 ml.

9.4. Cara Kerja

— Jika contoh mengandung suspensi, tambahkan 2 ml suspensi aluminium hidroksida ke dalam 100 ml air, kocok dan aduk, biarkan beberapa menit dan saring. Netralkan 50 ml saringan atau contoh yang jernih sampah pH 7. Tambahkan 1 ml asam sulpanilat (pH harus 1,4), kocok, biarkan selama 3-10 menit, kemudian tambahkan 1 ml pereaksi naftilamin hidroklorida dan 1 ml larutan buffer natrium asetat, kocok dengan baik (pH harus diantara 2-2,5) Biarkan selama 10-30 menit, kemudian ukur warna merah keunguan pada 540 nm menggunakan pereaksi blanko untuk mengeset instrumen pada 100% T.

— Kurva standar :

Encerkan 0; 0,25; 0,5; 0,75; 1,5; 2,5 ml larutan baku natrium nitrit sampai 50 ml dengan menggunakan air bebas nitrit. Biarkan warna terbentuk seperti pada contoh, dan ukur warnanya.

Perhitungannya : Nitrit (mg/l) = $\frac{\text{mg nitrogen nitrit} \times 3,29 \times 1000}{\text{ml cuplikan yang diambil}}$

10. AMONIUM (NH_3N) (NH_4^+)

10.1. Prinsip

Pereaksi Nessler (K_2HgI_4) bila bereaksi dengan amonium dalam larutan basa akan membentuk dispersi koloid yang berwarna kuning coklat. Intensitas dari warna yang terjadi berbanding lurus dengan konsentrasi amonium yang ada dalam contoh, pada panjang gelombang 400–500 nm.

10.2. Peralatan

- Spektrofotometer
- Labu takar
- Gelas ukur

10.3. Pereaksi

- Larutan baku amonium.

3,819 g NH_4Cl anhidrat yang sudah dikeringkan pada 100°C dilarutkan dalam air yang bebas amonium dan tepatkan volumenya sampai 1000 ml.
1,00 ml = 1,00 mg N = 1.22 mg NH_3 .

- Larutan baku amonium

10,0 ml larutan baku diencerkan menjadi 1000,0 ml.

1,00 ml = 10,0 ug N = 12,2 ug NH_3

- Pereaksi Nessler

100 g HgI_2 dan 70 g KI dilarutkan dalam sedikit air kemudian campuran ini sedikit demi sedikit ditambahkan ke dalam larutan 160 g NaOH dalam 500 ml air yang sudah dingin. Tepatkan volumenya sampai 1000 ml. Pereaksi ini stabil sampai 1 tahun bila disimpan di dalam kondisi normal laboratorium dan hindari dari sinar matahari.

- Larutan seng sulfat (ZnSO_4).

100 g $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam air destilasi dan encerkan sampai 1000 ml.

- Pereaksi penstabil.

EDTA.

50 g EDTA dilarutkan dalam 60 ml air yang mengandung 10 g NaOH Dinginkan pada temperatur kamar dan encerkan sampai 100 ml.

Larutkan Rochelle.

50 g potasium sodium tartrat tetrahidrat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dilarutkan dalam 100 ml air. Didihkan sampai volumenya menjadi 30 ml, setelah dingin encerkan sampai 100 ml.

- Dechlorinating Agent N/70

1 g sodium arsenit (NaAsO_2) dilarutkan dalam air bebas amonium dan encerkan menjadi 1000 ml.

- Bahan penetralisasi.
Larutkan NaOH 1 N dan larutan H_2SO_4 1 N.
- Larutan Absorben.
2 gram H_3BO_4 dilarutkan dan diencerkan dalam air bebas amonium menjadi 1000 ml.

10.4. Cara Kerja

- Perlakuan pendahuluan untuk cuplikan.
Pipet cuplikan sebanyak 100 ml.
Bila perlu hilangkan sisa klorin dengan penambahan larutan 1 tetes N/70 deklorinating agent untuk setiap 0,1 mg yang ada dalam contoh.
Tambahkan 1 ml larutan $ZnSO_4$ dan kocok
Tambahkan larutan 0,4 - 0,5 ml NaOH 6N sampai pH menjadi 10,5. Biarkan contoh beberapa menit sampai semua endapan mengendap sempurna. Pusingkan atau saring. Sebelum dilakukan penyaringan, uji dahulu kertas saring yang digunakan sampai tidak terkontaminasi oleh amonium dengan jalan melakukan air bebas amonium pada kertas saring dan uji saringannya dengan pereaksi Nessler.

- Pengembangan Warna
Pipet 50 ml cuplikan dari supernatant dan tambahkan 1 tetes pereaksi EDTA atau 1-2 tetes garam Rochella dan kocok. Tambahkan 2 ml pereaksi Nessler, jika pereaksi EDTA digunakan, sedangkan bila digunakan garam Rochella, ditambahkan 1 ml pereaksi Nessler Kocok. biarkan 10-30 menit, proses yang sama dilakukan terhadap blanko dan standar. Baca transmisi dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 400-500 nm.

Perhitungan :

Perhitungan dapat dilakukan dengan jalan membuat kurva kalibrasi dari persamaan garis regresi linier.

11. SULFAT (SO_4^{2-})

11.1. Prinsip

Ion sulfat akan diendapkan dalam suasana asam (asam asetat) dengan barium klorida ($BaCl_2$) membentuk kristal barium sulfat yang seragam. Absorpsi dari suspensi $BaSO_4$ diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm.

11.2. Peralatan

- Spektrofotometer
- Alat-alat gelas
- Erlenmeyer
- Pengaduk magnetik
- Pipet/buret
- Stop watch

11.3 Pereaksi

— Larutan dapar

Larutkan 30 g magnesium klorida, $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, 5 g natrium asetat $CH_3COONa \cdot 3H_2O$, 1 g kalium nitrat, KNO_3 dan 20 ml asam asetat CH_3COOH (99%) di dalam 500 ml air suling dan encerkan sampai 1000 ml.

— Barium klorida ($BaCl_2$).

Kristal $BaCl_2$ dengan ukuran 20–30 mesh.

— Larutan baku sulfat.

Larutkan 147,9 mg Na_2SO_4 anhidrat dalam air suling, tepatkan sampai 1 liter.

1,00 ml = 100 ug SO_4

11.4. Cara Kerja.

— Pipet 100 ml cuplikan, masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml, kemudian tambahkan 20 ml larutan dapar dan kocok dengan alat pengaduk magnet, kemudian ditambahkan 8–10 g kristal $BaCl_2$.

— Kocok selama 1 menit dengan kecepatan yang konstan. Baca segera dengan spektrofotometer pada 420 nm. Pembacaan setelah 3 menit tetapi tidak melebihi 10 menit.

— Persiapkan kurva standar, dengan cara sebagai berikut :

Buat sederet larutan baku yang mengandung 0–40 mg/l dengan range 5 mg/l lebih dari 40 mg/l, kestabilan suspensi $BaSO_4$ berkurang dan ketelitian metoda ini berkurang.

$$\text{Perhitungan mg } SO_4/l = \frac{\text{mg } SO_4 \times 100}{\text{ml, (contoh)}}$$

12. SULFIDA ($S^{=}$)

12.1. Metoda Elektroda (Selective Ion Electroda)

12.1.1. Prinsip

Ion sulfida yang ada dalam contoh akan menembus membran pada elektroda sehingga akan menimbulkan arus listrik. Banyaknya arus yang terjadi adalah sebanding dengan konsentrasi sulfida dalam contoh. Metoda ini sesuai untuk kadar sulfida $\geq 0,1$ ppm.

12.1.2. Peralatan

- Orion Selective Ion Meter
- Elektroda sulfida
- Double junction reference
- Gelas piala
- Pengocok/mixer

12.1.3. Pereaksi

- Larutan baku sulfida
Larutkan 7,5 g $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan air suling dan encerkan menjadi 1000 ml (1 ml = 1 mg S^{2-}).
- Larutan sulfida anti oksidasi dapar (SAOB).
Larutkan 80 g NaOH dalam sedikit air suling, masukkan 320 g natrium salisilat dan 72 g asam askorbat. Encerkan menjadi 1000 ml. Larutan SAOB ini harus diganti bila warnanya menjadi coklat tua.

12.1.4. Cara Kerja

- Penetapan sulfida (metoda elektroda).
Pipet 25 ml contoh air, masukkan ke dalam gelas piala 100 ml. Tambahkan 25 ml larutan SAOB 50%, kocok dengan pengocok sampai pembacaan stabil. Catat skala yang ditunjukkan.
- Kalibrasi alat selective Ion Meter.
Putar *Function Switch* ke posisi X, pasang elektroda sulfida pada alat selective Ion Meter. Pipet 25 ml larutan baku sulfida 0,1 ppm dan masukkan ke dalam gelas piala 100 ml. Tambahkan 25 ml larutan SAOB 50% celupkan elektroda ke dalam larutan baku, aduk dengan pengocok sampai pembacaan stabil. Tepatkan jarum pada alat sampai menunjukkan angka 1 dengan memutar tombol cal. Bilasi elektroda sampai bersih, celupkan elektroda ke dalam 25 ml larutan baku 0,2 ppm yang telah ditambah 25 ml larutan SAOB 50%. aduk dengan pengocok sampai pembacaan stabil. Catat skala yang ditunjukkan, lakukan pencatatan skala terhadap beberapa macam konsentrasi. Buat kurva kalibrasi antara skala dan konsentrasi sulfida.

Perhitungan : Sulfida yang diukur dapat dilakukan dengan memplot skala yang ditunjukkan terhadap kurva kalibrasi.

12.2. Metoda Titrasi Cara Yodometrik.

12.2.1. Prinsip

Yodin bereaksi dengan sulfida dalam suasana asam sehingga akan teroksidasi menjadi sulfur, sisa Yodin yang tidak terpakai untuk mengoksidasi sulfida kemudian deteksi dengan larutan natrium tio sulfat.

12.2.2. Peralatan

- Buret
- Labu ukur
- Gelas piala
- Erlenmeyer

12.2.3. Pereaksi

- Asam klorida 6 N
- Larutan baku Ion 0.0250 N
Larutkan 20-25 g kalium Iodida (KI) dengan air suling. Tambahkan 3,2 g Iodin, setelah Iodin terlarut sempurna, impitkan sampai 1000 ml dengan air suling.

Lakukan standardisasi larutan tersebut terhadap 0,025 N larutan natrium tio sulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dengan menggunakan larutan kanji sebagai indikator (1 ml 0,025 N = 0,400 mg S=)

- Larutan baku natrium tio sulfat 0,0250 N.

Larutkan 6,205 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ di dalam air suling. Tambahkan 1,5 ml NaOH 6N atau 0,4 g padatan NaOH kemudian impitkan sampai 1 liter. Standarisasikan larutan tersebut dengan larutan kalium bio iodat KH $(\text{IO}_3)_2$ 0,0021 M.

- Larutan baku kalium bio Iodat 0,0021 M.

Larutkan 812,4 mg $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ di dalam air suling, impitkan sampai 1000 ml.

- Larutan Kanji.

Larutkan 2 g tepung pati dan 0,2 g asam salisilat sebagai pengawet, larutkan sampai 100 ml dengan air suling yang telah dipanaskan.

12.2.4. Cara Kerja

- Pipet sejumlah larutan Iod yang berlebihan terhadap jumlah sulfida ke dalam labu.

- Tambahkan air suling (bila perlu) sampai volume kira-kira 20 ml.

- Tambah 2 ml HCl 6N.

- Pipet 200 ml cuplikan ke dalam labu tersebut. Bila warna Iod hilang, tambahkan larutan Iod sehingga warnanya masih nampak.

Titar dengan larutan natrium tio sulfat dengan indikator kanji, sampai warna biru hilang.

1 ml 0.0250N larutan Iod bereaksi dengan 0.4 mg S^{2-} .

Perhitungan :

$$\text{mg S}^{2-}/l = \frac{(V_1 \times N_1) - (V_2 \times N_2) \times 16000}{\text{ml, (contoh)}}$$

V_1 = ml larutan Iod

N_1 = Normalitas larutan Iod

V_2 = ml larutan natrium tio sulfat

N_2 = Normalitas larutan natrium tio sulfat

13. KLORIDA (Cl^-)

13.1. Prinsip

Klorida dapat ditetapkan dengan metoda Mohr. Dalam suasana netral sampai alkali pH 7-10, titrasi cuplikan dengan AgNO_3 , AgCl yang terbentuk merupakan titik ekuivalen yang sesuai dengan kandungan klorida dengan indikator kalium kromat.

13.2 Peralatan

- Buret Amber
- Erlenmeyer
- Pipet
- Labu ukur

13.3. Pereaksi

- Air bebas klorida, jika perlu klorida dapat dibebaskan dari air suling dengan cara redistilasi.
- Indikator kalium kromat 5%.
Larutkan 50 g K_2CrO_4 dalam sedikit air, tambahkan larutan perak nitrat sampai terbentuk endapan merah. Biarkan 12 jam kemudian saring dan filtratnya encerkan dengan air suling menjadi 1 liter.
- Larutan baku perak nitrat 0,0141 N.
Larutkan 2,395 g $AgNO_3$ dalam air dan encerkan dengan air suling sampai 1000 ml. Standardisasi terhadap larutan $NaCl$ 0,0141 N, 1.00 ml larutan 0,0141 N $AgNO_3$ ekuivalen dengan 0,500 mg Cl^- .
Larutan baku perak nitrat setiap akan digunakan untuk titrasi distandardisasikan dengan larutan baku $NaCl$.
- Larutan baku natrium klorida ($NaCl$) 0,0141 N.
Larutkan 0,8241 g $NaCl$ yang dikeringkan pada $140^\circ C$ dalam air bebas klorida dan encerkan sampai 1000 ml.
1 ml = 0,500 mg Cl^- .

13.4. Cara Kerja

- Cuplikan dengan pH 7-10 dapat langsung dititrasi. Jika cuplikan bersifat asam, atur pH nya dengan menggunakan $NaOH$. Jika bersifat basa, atur pH-nya dengan H_2SO_4 . Jika cuplikan berwarna, tambah 3 ml $Al(OH)_3$ aduk dan biarkan mengendap kemudian saring dan cuci. Jika ada sulfida sulfidat atau tio sulfat, tambahkan 1 ml H_2O dan aduk selama 1 menit.
- Pipet 100 ml cuplikan ke dalam erlenmeyer..
- Tambahkan 1 ml indikator K_2CrO_4 .
- Titrasi dengan larutan standar perak nitrat sampai timbulkan warna kuning kemerah-merahan.
- Lakukan titrasi blanko dengan memipet 50 ml air suling bebas Cl^- dan selanjutnya perlakuan sama dengan perlakuan cuplikan.

Perhitungan :

$$\text{mg/l klorida } (Cl^-) = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 35450}{\text{ml cuplikan}}$$

- V_1 = ml $AgNO_3$ cuplikan
- V_2 = ml $AgNO_3$ blanko
- N = normalitas $AgNO_3$

14. FLUORIDA (F^-)

14.1. Prinsip

Kecepatan reaksi antara fluorida dan ion zirkonium dipengaruhi oleh keasaman dari campuran. Pengukuran warna sebanding dengan kadar ion Fluorida dan dapat diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 570 nm.

14.2. Peralatan

- Spektrofotometer
- Labu ukur
- Buret/pipet

14.3. Pereaksi

- Larutan baku Fluorida

Larutkan 221,0 mg Natrium Fluorida anhidrat, NaF dalam air suling dan encerkan sampai 1000 ml.

1,00 ml = 100 ug Fluorida.

- Larutan baku F⁻.

Encerkan 100 ml larutan baku Fluorida menjadi 100 ml dengan air suling.

1,00 ml = 100 ug Fluorida.

- Larutan SPANDNS.

Larutkan 958 mg SPANDNS dalam air suling dan encerkan sampai 500 ml.

Larutan ini harus terhindar dari sinar matahari langsung.

- Larutan asam Zirkonil

Timbang 133 mg zirkonil klorida oktahidrat, $Z_2OCl_2 \cdot 8H_2O$, dan larutkan dalam 25 ml air suling. Tambahkan 250 ml HCl pekat dan encerkan dengan air suling sampai 500 ml.

- Larutan asam zirkonil SPADNS.

Campurkan sejumlah volume yang sama larutan SPADNS dan larutan asam zirkonil. Campuran kedua pereaksi tersebut dapat stabil sekurang-kurangnya selama 2 tahun.

- Larutan Perbandingan.

Encerkan 7 ml HCl pekat hingga 10 ml dan tambahkan ke dalam larutan SPADNS encer. Larutan ini digunakan untuk mentitik nolkan spektrofotometer.

- Larutan Natrium Arsenat ($NaAsO_2$)

Larutkan 5,0 g $NaAsO_2$ dengan air suling dan encerkan hingga 1000 ml.

14.4. Cara Kerja

- Persiapan Kurva Standar

Siapkan baku Fluorida dengan kepekatan 0 sampai 1,40 mg/l Fluorida. Pipet 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 dan 6,0 ml larutan baku dalam labu 50 ml, ke dalam masing-masing labu ditambahkan 5 ml larutan SPADNS dan 5 ml larutan asam zirkonil atau 10 ml larutan campuran SPADNS dan asam zirkonil. Impitkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok sampai serba sama.

Baca serapan deret standar tersebut dan buat kurvanya.

- Perlakuan cuplikan.

Jika cuplikan mengandung klor bebas hilangkan terlebih dahulu dengan menambahkan 1 tetes (0,05 ml $NaAsO_2$ /0,1 mg Cl_2 bebas) dan aduk.

- Pengembangan warna

Pipet 50 ml cuplikan, tambahkan 5 ml larutan SPADNS dan 5 ml asam zirkonil atau 10 ml larutan campuran SPADNS dan asam zirkonil, kemudian kocok sampai serba sama. Baca serapannya.

Dengan memplotkan serapan (absorbans) cuplikan pada kurva standar maka dapat diketahui kandungan Fluorida dalam cuplikan.

Perhitungan :

$$\text{mg/l Fluorida} = \frac{X}{\text{ml cuplikan}} \times \frac{Y}{Z}$$

X = ug cuplikan

Ratio Y/Z berlaku bila cuplikan diencerkan menjadi Vol Y.

Z = volume cuplikan yang diambil untuk pengembangan warna.

15. SIANIDA (CN⁻)

15.1. Prinsip

Sianida bebas diubah menjadi sianogen klorida (CNCl) dengan penambahan kloramin T pada pH kurang dari 8 dan direaksikan dengan pereaksi asam barbiturat piridin akan menghasilkan warna merah kebiru-biruan. Warna tersebut dibaca pada panjang gelombang 578 nm.

15.2. Peralatan

- Spektrofotometer
- Labu takar 1000ml, 500 ml, 250 ml
- Pipet

15.3. Pereaksi

- Kloramin T (1%).
Timbang 1,0 g kloramin T (1-CH₃C₆H₄-4-SO₂NaClNa·3H₂O), larutkan dalam labu ukur 100 ml dengan air suling, tepatkan hingga tanda garis. Larutan stabil selama 1 minggu dan simpan dalam refrigerator.
- Larutan baku sianida.
Larutkan 1,6 g NaOH dan 2,51 g KCN dengan air suling dan encerkan menjadi 1000 ml hingga tepat tanda garis.
1 ml = 1 mg CN⁻.
- Larutan baku sianida.
pipet 10 ml larutan baku KCN, encerkan menjadi 1000 ml dengan NaOH 0,25 N. Larutan ini harus disiapkan segar dan simpan dalam botol yang bertutup gelas.
1 ml = 10 ug CN⁻.
Larutan baku ini diencerkan 10x, dengan NaOH 0,25 N sehingga diperoleh larutan dengan kepekatan 1 ml = 1 ug CN⁻. Larutan ini harus selalu dalam keadaan segar.
- Piridin — asam barbiturat.
Timbang 15 g asam barbiturat dalam labu ukur 250 ml dan larutkan dengan sedikit air suling, tambahkan 75 ml piridin dan aduk. Kemudian tambahkan 15 ml HCl pekat, dinginkan pada suhu kamar dan tepatkan dengan air suling sampai tanda garis.

- Natrium dihidrogen fosfat 3 N
Larutkan 148 g $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dalam 1000 ml air suling kemudian simpan dalam refrigerator.
- Larutan NaOH
Timbang 1,6 g NaOH ke dalam labu 1000 ml, larutkan dengan air suling dan tepatkan sampai tanda garis.

15.4. Cara Kerja

15.4.1. Buat kurva standar.

15.4.2. Persiapan larutan baku.

- Siapkan blanko dengan larutan NaOH
- Dari larutan baku CN⁻ disiapkan satu deret larutan baku ke dalam labu 50 ml yang mengandung 0,2 - 6 ug CN⁻
- Ke dalam masing-masing larutan, tambahkan 20 ml NaOH
- Lakukan sesuai ad c.
- Baca absorbans standar dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 578 nm.
- Buat kurva standar dengan memplotkan absorbans terhadap konsentrasi CN⁻.

15.4.3. Persiapan contoh

- Pipet 10 ml cuplikan ke dalam labu ukur 50 ml. Tambahkan 20 ml NaOH. Lakukan cuplikan dengan ad c.
 - Baca absorbans dari cuplikan dengan memplotnya terhadap konsentrasi CN⁻.
- Perhitungan :
Pengenceran x konsentrasi yang diperoleh dari kurva standar.

15.4.4. Pengembangan warna.

- Ke dalam masing-masing standar dan blanko, tambahkan 4 ml buffer fosfat dan kocok kuat-kuat.
- Tambahkan 2,0 ml larutan kloramin T dan kocok.
- Tambahkan segera 5 ml piridin asam barbiturat dan goyang hati-hati.
- Tambahkan air suling hingga tepat tanda garis 50 ml.
- Kocok dan biarkan 8 menit supaya timbul warna.
- Baca absorbansnya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 578 nm. Pembacaan dilakukan tidak boleh lebih dari 15 menit, sesudah penambahan asam piridin asam barbiturat.

16. BESI (Fe)

Besi dapat ditetapkan dengan 2 cara.

16.1. Penetapan dengan cara Spektrofotometrik.

16.1.1. Prinsip

Didihkan asam dan hidrosilamin serta penggabungannya dengan 1,10 fena-

trolin akan mengubah semua zat besi menjadi Fe^{2+} yang terlarut. Tiga molekul fenantrolin bergabung dengan satu molekul Fe^{2+} membentuk ion kompleks berwarna oranye-merah. Warna kompleks ini tidak dipengaruhi oleh pH larutan antara 3-9.

Nilai absorbansi cuplikan dapat diketahui dengan membandingkan larutan baku referensi yang telah diketahui kadar besinya dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 510 nm.

16.1.2. Peralatan

- Spektrofotometer
- Labu takar
- Erlenmeyer
- Pipet
- Gelas ukur
- Pemanas bunsen
- Cawan porselin

16.1.3. Pereaksi

- HCl pekat dengan kadar Fe sama dengan nol.
- Larutan hidroksilamin.
Larutkan 10 g $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ dengan 100 ml air suling dalam labu takar 100 ml; larutan ini tahan 4 bulan.
- Amonium asetat pendapar (pH = 4.0).
Larutkan 250 g $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ dengan 150 ml air suling dalam gelas erlenmeyer 1 liter. Tambah 100 ml asam asetat pekat.
Larutan ini tahan 6 bulan.
- Larutan fenantrolin.
Larutkan 100 mg 1,10- fenantrolin monohidrat ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) atau 118 mg 1,10- fenantrolin. HCl dengan 80 ml air suling dalam labu takar 100 ml. Tambahkan 2 tetes HCl pekat p.a. Impitkan hingga 100 ml dengan air suling 1 ml larutan tersebut mengandung 100 ug Fe. Larutan tersebut tahan 4 bulan.
- Larutan stok Fe 50 mg/l.
Ke dalam labu takar 1 liter yang berisi 50 ml air suling, tambahkan hati-hati 20 ml asam sulfat pekat. Kemudian larutkan ke dalamnya 0,351 g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ atau 0,249 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ atau 0,242 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ atau garam lain yang mengandung 50 mg Fe. Kalau garam Fe^{2+} dipakai yaitu $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ atau $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. tambahkan larutan kalium permanganat KMnO_4 0,1N sedikit demi sedikit sampai semua Fe^{2+} menjadi Fe^{3+} (yaitu sampai warna merah muda tetap ada) Kemudian isi labu takar dengan air suling sampai 1 liter. 1 ml larutan mengandung 50 ug Fe.
Larutan ini tahan sampai 4 bulan. Kalau perlu larutan ini harus diencerkan lagi. Endapan yang terbentuk adalah MnO_2
- Larutan baku pembanding Fe.
Larutan ini disiapkan dari larutan stok. Karena sifatnya yang tidak tahan

lama, maka larutan ini disiapkan pada saat analisa dilakukan.

Siapkan 5 larutan pembanding dengan konsentrasi 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; dan 1 0 mg Fe/l.

Masing-masing 50 ml.

16.1.5. Cara Kerja

16.1.5.1. Pembentukan warna pada larutan cuplikan.

- Kocok cuplikan dan tuangkan 50 ml ke dalam erlenmeyer 125 ml.
- Tambahkan 2 ml HCl pekat dan 1 ml larutan hidrosilamin ke dalam 50 ml cuplikan.
- Didihkan cuplikan sampai volume mencapai lebih kurang setengah volume awal. Selama pendidihan tambahkan beberapa batu didih.
- Dinginkan dan pindahkan larutan tersebut ke dalam labu takar, tambahkan 50 ml pendapar asetat dan 2 ml larutan fenantrolin dan tambahkan air suling sampai 100 ml.
- Kosok larutan tersebut dan biarkan 10-15 menit sampai terbentuk warna oranye—merah pada pH 2,9 - 3,5.

16.1.5.2. Penyediaan larutan baku pembanding Fe.

- Pipet larutan stok Fe masing-masing 1; 2; 4; 6; dan 8 ml dan tuangkan ke dalam labu takar.
- Tambahkan pereaksi-pereaksi dengan cara kerja seperti pada butir 15.2.4.1. (pembentukan warna pada larutan cuplikan).

16.1.5.3. Penetapan absorbansi.

- Persiapkan larutan blanko. Larutan ini terdiri dari air suling yang mengandung semua zat-zat kimia yang sama, yang ditambahkan pada larutan cuplikan dan larutan baku pembanding Fe.
- Baca absorbansi larutan blanko; larutan cuplikan dan larutan standar pembanding Fe dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 510 nm.
- Buat kurva kalibrasi larutan standar pembanding Fe dengan memplotkan absorbans/transmisi terhadap konsentrasi Fe

16.1.5.4. Penetapan jumlah zat besi pada larutan cuplikan.

Baca kadar Fe larutan cuplikan dengan menggunakan kurva kalibrasi larutan standar pembanding FE

Perhitungan :

$$\text{Fe (mg/l)} = \frac{\text{MgFe dalam 50 ml terakhir}}{\text{ml cuplikan}}$$

17. MANGAN (Mn)

Mangan dapat ditetapkan dengan 2 (dua) cara, yaitu :

17.1. Metoda Persulfat Spektrofotometrik.