

PENENTUAN FOSFOR DALAM LIMBAH DENGAN REAKSI VANADOMOLIBDOFOSFAT DENGAN MALACIT HIJAU MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI

(DETERMINATION OF PHOSFOR FROM LIQUID WASTE WITH
VANADOMOLIBDOPHOSFAT REACTION BY MALACHITE
GREEN USING SPECTROPHOTOMETRY)

Z I L F A

Staf Pengajar Jurusan Kimia FMIPA Unand

ABSTRACT

The spectrophotometry method for phosphor determination had been done by using vanadomolibdophosphat reaction with the malachite green. The phosphor determination be done by using 640 nm wave length. The appropriate of malachite green 0,005 M for pigmentation reaction is 0,5 ml. The vanadomolibdophosphat reaction with the malachite green will be constan for 60 minutes. Result for range of detection this method is $9,72 \times 10^{-5}$ M (9,23 ppm) so that linear curva until 9×10^{-4} M (85,5 ppm) Avarage concentration affer nine times measurements of simples liquid waste was fount from home waste 23,7 ppm by SD 6,99 SDR 29,9 %, River waste 1,58 ppm by SD 0,755 SDR 47,8 % and industrial waste 618 ppm by SD 16,1; SDR 2,60 %.

PENDAHULUAN

Fosfor ada di dalam air limbah, baik melalui hasil buangan manusia seperti air seni dan feses maupun melalui hasil buangan industri dan pertanian yang menggunakan pupuk fosfor. Secara alamiah fosfor dibutuhkan oleh hewan dan tumbuhan air dalam jumlah yang amat sedikit (Hillenbrand W.F 1984). Bila kadar air sangat tinggi maka tanaman air seperti eceng gondok akan tumbuh subur hingga dapat menutup semua permukaan air. Bila permukaan air tertutup maka siklus oksigen dalam air akan terganggu sehingga kebutuhan oksigen untuk hewan air tidak terpenuhi lagi. Hal ini dapat mengakibatkan punahnya hewan air. Maka dari itu penting dilakukan penelitian fosfor dari sampel air limbah (Sugiarjo 1987).

Fosfor dapat ditentukan dengan menggunakan reagen tunggal maupun dengan menggunakan reagen ganda. Penggunaan amonium molibdat dalam asam sulfat yang menghasilkan asam fosfomolibdat dan produk reduksinya fosfomolibdenum biru merupakan contoh dari

penggunaan reagen tunggal (Thomas 1987, Boltz 1978). Cara ini kurang stabil karena adanya gangguan ion silikat dan arsenat, sehingga menyulitkan dalam penentuan fosfor. Apabila kepada amoniumfosfomolibdat ditambahkan sejumlah amoniumvanadat dalam asam sulfat digunakan untuk penentuan fosfor menjadi asam vanadomolibdofosfat ini merupakan contoh penggunaan reagen ganda. Cara penggunaan reagen ganda ini lebih selektif dari cara reagen tunggal karena gangguan ion silikat dapat diatasi oleh vanadat, karena cara reagen ganda masih kurang selektif maka perlu dilakukan cara lain untuk penentuan fosfor yaitu dengan menggabungkan amonium molibdat dan amonium vanadat dalam asam sulfat menjadi asam vanadomolibdofosfat (Motomizo 1988). Disini metoda spektrofotometri digunakan untuk penentuan fosfor dengan perwarna malakit hijau. Reaksi pewarnaan vanadomolibdofosfat dengan malakit hijau dalam asam sulfat lebih selektif terhadap posfat dari pada terhadap arsenat dan silikat (Greenwood 1984).

Metoda inilah yang diterapkan pada beberapa sampel air limbah yang diperkirakan mengandung fosfor. Adapun penelitian ini selai bertujuan untuk penerapan metoda reaksi pewarnaan vanadomolibdofosfat dengan malakit hijau dalam asam sulfat secara spektrofotometri juga bertujuan untuk penentuan kandungan (kadar) fosfor dari beberapa sampel air limbah, baik air limbah rumah tangga, limbah industri maupun air sungai.

BAHAN DAN METODA

Dalam penelitian ini digunakan bahan-bahan dan alat-alat sebagai berikut :

Bahan-bahan :

Malakit hijau oksalat	$(C_4H_6N_4O_4 \cdot 2C_2H_2O_4)$
Amonium Vanadat	(NH_4VO_3)
Amonium Molibdat	$(NH_4)_6(Mo_7O_{24}) \cdot 4H_2O$
Dinatrium hidrogen fosfat	(Na_2HPO_4)

Alat-alat yang dipakai.

Disamping menggunakan alat-alat gelas dipakai juga neraca analitik dan spektronik 21 D UV/VIS.

Prosedur penelitian

Pengambilan sampel

Sampel air diambil pada tiga tempat yaitu : air limbah PT Inkasi Raya, air Batang Arau dan air limbah rumah tangga. Sampel limbah rumah tangga diambil pada hari senin 1 Maret 1994 jam 7⁰⁰ wib dengan suhu udara 26,5°C. Sampel limbah PT Inkasi Raya diambil pada hari Kamis 3 Maret 1994 jam 8⁰⁰ wib dengan suhu 29P° C dan sampel air Batang Arau

Diambil pada hari Kamis 5 Maret 1994 jam 8⁰⁰ wib dengan suhu 25° C. Semua sampel diambil menggunakan botol kaca tertutup.

Pemilihan panjang gelombang maksimum

Pipet 3 ml asam vanadomolibdat, pindahkan kedalam tabung reaksi dan tambahkan 1 ml dinatrium hidrogen fosfat 4×10^{-4} M. Aduk dan tambahkan 0,5 ml malakit hijau 0,005 M. Ukur absorban larutan dengan memvariasikan panjang gelombang.

Pemilihan volume malakit hijau

Pipet 3 ml asam vanadomolibdat masukan kedalam tiap-tiap dari 8 buah tabung reaksi. Tambahkan 1 ml dinatrium hidrogen fosfat 4×10^{-4} M. Aduk dan tambahkan (0,0 , 0,1 , 0,2 , 0,3 , 0,4 , 0,5 , 0,6 , 0,7) ml malakit hijau 0,00 M. Ukur absorban masing-masing pada panjang gelombang 640 nm.

Penentuan kestabilan kompleks

Pipet 3 ml asam vanadomolibdat tambahkan 1 ml dinatrium hidrogen fosfat 4×10^{-4} M, tambahkan 0,5 malakit hijau 0,005 M. Ukur absorban pada panjang gelombang 640 nm dengan memvariasikan waktu (5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60) menit

Penentuan kalibrasi standar fosfat

Pipet 3 ml asam vanadomolibdat pindahkan kedalam 8 buah tabung reaksi. Tambahkan 1 ml dinatrium hidrogen fosfat dengan konsentrasi (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9) $\times 10^{-4}$ M kedalam masing-masing tabung reaksi. Aduk dan tambahkan lagi 0,5 ml malakit hijau 0,005 M. Ukur absorban pada panjang gelombang 640 nm.

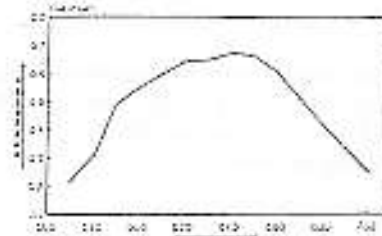
Pengukuran sampel

Pipet 3 ml asam vanadomolibdat masukan kedalam sebuah tabung reaksi. Ambil 1 ml sampel encekkan dilabu 25 ml, pindahkan 1 ml kedalam tabung reaksi tadi. Aduk dan tambahkan 0,5 ml malakit hijau 0,005 M. Ukur absorban pada panjang gelombang 640 nm. Sampel limbah PT Inkasi Rya karena terlalu keruh maka sebelum dipindahkan kedalam tabung reaksi perlu disaring dan diencerkan 25x.

HASIL DAN DISKUSI

Pemilihan panjang gelombang

Dari penelitian yang dilakukan terhadap pemilihan panjang gelombang maka diperoleh kurva seperti pada gambar 1. Dari gambar terlihat bahwa puncak maximum terjadi pada panjang gelombang 640 nm.



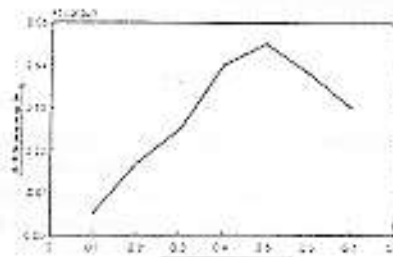
Panjang gelombang

Gambar 1. Kurva pemilihan panjang gelombang maximum.

Penentuan fosfor selanjutnya dilakukan pada panjang gelombang 640 nm karena panjang gelombang inilah yang cocok untuk zat yang akan dianalisa (Ewing, 1966).

Pemilihan volume malakit hijau

Dari penelitian yang dilakukan terhadap pemilihan volume malakit hijau maka diperoleh kurva seperti gambar berikut.



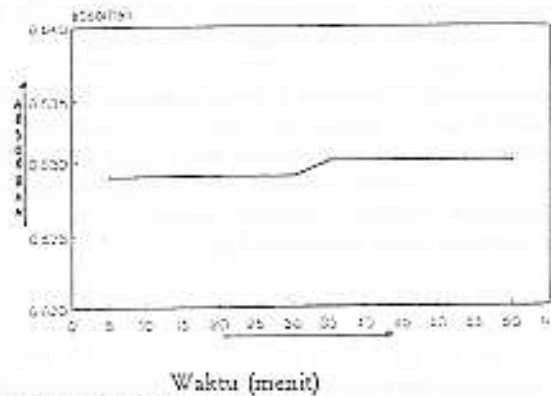
Volume (ml)

Gambar 2. Kurva variasi volume malakit hijau.

Gambar luar terlihat bahwa serapan maksimum dari variasi volume malakit hijau tepat pada volume 0,5 ml, yang berarti bahwa volume yang cocok untuk malakit hijau penelitian ini adalah 0,5 ml. Pada volume sebelum dan sesudah 0,5 ml kemua penyerapan dipengaruhi oleh ion pengganggu lainnya (Boltz, 1978).

Kestabilan kompleks

Dari penelitian yang dilakukan terhadap kestabilan kompleks maka diperoleh kurva gambar berikut :

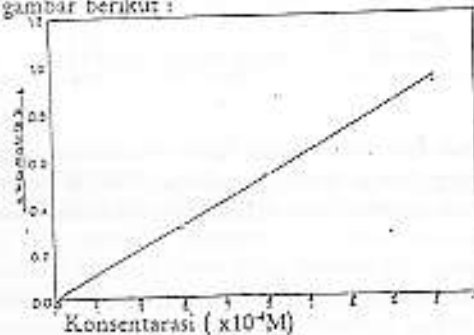


Gambar 3. Kurva penentuan kestabilan kompleks

Gambar 3 terlihat bahwa kompleks yang terbentuk adalah stabil sampai 60 menit, bahwa penyerapan sinar terhadap vanadomolibdofosfat malakit hijau tidak mengalami perubahan selama 60 menit, baik gangguan kimia seperti ion-ion pengganggu maupun gangguan listrik (Vogel, 1961).

Penentuan kalibrasi standar fosfat

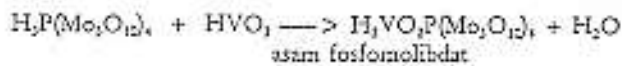
Dari penelitian yang dilakukan terhadap absorbansi standar fosfat maka didapatkan standar seperti kurva dalam gambar berikut :



Gambar 4 : kurva kalibrasi standar fosfat

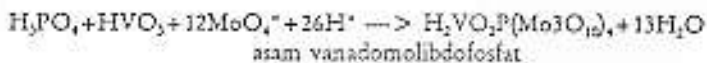
Dari gambar terlihat bahwa kurva linear sampai $9 \times 10^{-4} \text{M}$ (85,5 ppm). Batas deteksi $9,72 \times 10^{-5} \text{M}$, 9,23 ppm). Rumus regresinya: $Y = 0,0092 + 1018,48485X$ dan $r^2 = 0,999$. Tinggi r^2 menunjukkan bahwa metoda ini dapat digunakan untuk menaksir konsentrasi dengan ketepatan 99%.

Dari gambar 1,2,3,4 dapat dilihat secara reagen ganda cukup selektif dan spesifik karena gangguan ion silikat dapat diatasi dengan adanya vanadat. Metoda reagen ganda di menggunakan reagen asam fosfomolibdat dan reagen asam vanadat seperti reaksi berikut:



dan produk reduksinya fosfomolibdenum biru. Cara ini kurang selektif dan kurang spesifik karena sudah dipengaruhi oleh ion-ion pengganggu seperti silikat dan arsenat sehingga menyulitkan dalam penentuan kadar fosfat (Motomizu, 1988).

Vanadomolibdofosfat merupakan penyatuan dari kedua cara diatas dimana amonium molibdat amonium vanadat dicampur jadi satu dalam asam sulfat sehingga digunakan untuk penentuan fosfor :



Motomizu berkesimpulan bahwa metoda spektrofotometri sangat sederhana dan selektif untuk penentuan fosfor dengan perwarnaan perakit hijau.

Pengukuran sampel

Dari sembilan kali perlakuan maka diperoleh konsentrasi rata-rata fosfor dari ketiga sampel adalah sebagai berikut :

Sampel	Absorban	Konsentrasi (ppm)
Limbah rumah tangga	0,272	23,7
Air sungai	0,026	1,58
Limbah PT Inkasi Raya	0,273	618

Dari data diatas terlihat bahwa kandungan atau kadar fosfat limbah PT Inkasi Raya relatif tinggi bila dibandingkan dengan sampel lainnya. Hal disebabkan pada proses rafinasi minyak sawit kasar diperlukan asam fosfat encer sedangkan dalam minyak sawit kasar terdapat 0,05 - 0,10 fosforida (Loebis, 1988). Disini deguming fosforida akan bereaksi dengan air menjadi getah berair yang tidak larut dalam minyak dan mudah dipisahkan dengan alat pemusing. Getah berair yang banyak mengandung fosfat ini biasanya dinetralkan dengan natrium hidroksida sebelum dibuang ke saluran limbah. Jadi kadar fosfor dari limbah Inkasi Raya selain berasal dari fosforida juga berasal dari asam fosfat encer yang digunakan.

untuk pengikat pengotor-pengotor dari minyak kelapa sawit kasar. Hal inilah yang menyebabkan tingginya kadar fosfor dari air limbah PT Inkasi Raya. Kadar fosfor pada sungai jauh lebih kecil dari sampel limbah PT Inkasi Raya karena limbah PT Inkasi Raya tidak mencemari tempat sampel yang diambil walaupun limbah PT Inkasi Raya dibuang ke badan sungai ini.

Kadar fosfor pada air limbah rumah tangga lebih tinggi bila dibandingkan dengan fosfor air sungai. Hal ini karena pada aktivitas rumah tangga seperti mencuci dan lain-lain menghasilkan limbah fosfor (Sugiarto, 1987).

Setelah diketahui kadar fosfor dari masing-masing sampel maka ditentukan standar deviasi dan standar deviasi relatifnya yaitu untuk sampel limbah rumah tangga standar deviasi 6,99 dan standar deviasi relatif 29,24%, untuk sampel air sungai standar deviasi 0, dan standar deviasi relatif 47,48%, untuk limbah PT Inkasi Raya standar deviasi 16,1 dan standar deviasi relatif 2,60%.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa penentuan fosfor melalui reaksi vanadomolibdofosfat dilakukan pada panjang gelombang 640 nm. Volume malakit hijau yang cocok untuk reaksi perwarnaan 0,5 ml. Reaksi vanadomolibdofosfat dengan malakit hijau stabil sampai 60 menit. Batas deteksi metoda ini adalah $9,72 \times 10^{-5} M$ (9,23 ppm) dan kurva linear sampai $9 \times 10^{-4} M$ (85,5 ppm).

Dari pengukuran sampel yang dilakukan maka diperoleh rata-rata konsentrasi fosfor dari sembilan kali perlakuan adalah untuk sampel limbah rumah tangga 23,7 ppm standar deviasi 6,99 dan standar deviasi relatif 29,4% sampel air sungai 1,58 ppm standar deviasi 0, dan standar deviasi relatif 47,8%, sampel limbah industri 618 ppm standar deviasi 16,1 dan standar deviasi relatif 2,60%.

DAFTAR PUSTAKA

1. Hillenbrand, W.F., and Lundel, G.E.F., "Applied Inorganic Analysis with Special Reference to Analysis of Metal, Minerals and Rocks", 2nd ed, John Wiley & Son Inc, New York 1984, pp 447.
2. Sugiarto, "Air Limbah Dan Masalah Yang dapat Ditimbulkannya", Universitas Indonesia Jakarta 1987.

3. Thomas, L.C., "Colorimetric Chemical Analytical Methods", The Tintometer England, 1987.
4. Boltz, D.F. and Howell, J.A., "Colorimetric Determination of Non Metals", vol 8, John Wiley & Son Inc, New York 1975.
5. Motomizu, S., Oshima, M., Hirashima, A., Anal. Chim. Acta, 1988, 211, pp 119 - 12
6. Greenwood, N. N, and Earnshaw, A., "Chemistry of The Elements", Pergamon Press Toronto 1984.
7. Ewing, G.W., "Instrumental Methods of Chemical Analysis", 2nded, Mc Graw Hill Book Company Inc New York 1966.
8. Vogel A.L, "A Text Book of Quantitative Analysis a Theoretical Approach", 3rd, Mc G Hill Book Company Ltd, London 1961.
9. Loebis, B., "Rafinasi Minyak Sawit Secara Fisis Buletin Balai Penelitian Perkebun Medan 1988.