Journal Matematika dan Pengetahuan Alam
Vol. 4, No. 1, Th. 1995 ISSN: 0853-0033

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

(DETERMINATION OF PHOSPOR FROM LIQUID WASTE WITH VANADOMOLIBDOPHOSPAT 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 pm) Avarage consentration after 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 industrical waste 618 ppm by SD 16,1; SDR 2,60 %.

PENDAHULUAN

Fosfor ada di dalam air limbah, baik melalui hasil buangan manusia seperi 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 (Sugiarto 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 fanadomolibdofosfat ini merupakan contoh penggunaan reagen ganda. Cara penggunaan reagen ganda ini lebih selectif 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 mwenggabungkan 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 indostri maupun air sungai.

BAHAN DAN METODA

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

Bahan-bahan :

Malakit hijau oksalat	$(C_{46}H_{50}N_4O_4.2C_2H_2O_4)$
Amonium Vanadat	(NH_4VO_3)
Amonium Molibdat	$(NH_4)6(Mo_7O_{24}).4H_2O$
Dinatrium hidrgen 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 7^{00} wib dengan suhu udara 26,5°C. Sampel limbah PT Inkasi Raya diambil pada hari Kamis 3 Maret 1994 jam 8^{00} wib dengan suhu 29P° C dan sampel air Batang Arau

Diambil pada hari Kamis 5 Maret 1994 jam 8^{00} 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 4x10^{-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 4x10^{-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 komplek

Pipet 3 ml asam vanadomolibdat tambahkan 1 ml dinatrium hidrogen fosfat 4x10^{-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)x10^{-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.

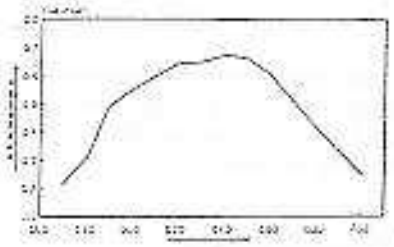
Pengukuran sampel

Pipet 3 ml asam vanadomolibdat masukan kedalam sebuah tabung reaksi. Ambil 1 ml sampel encekan 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.



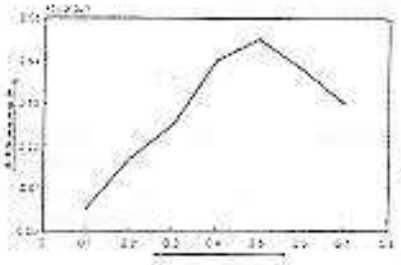
Panjang gelombang

Ganbar 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 volome malakit hijau maka diperoleh kurva seperti gambar beriket.



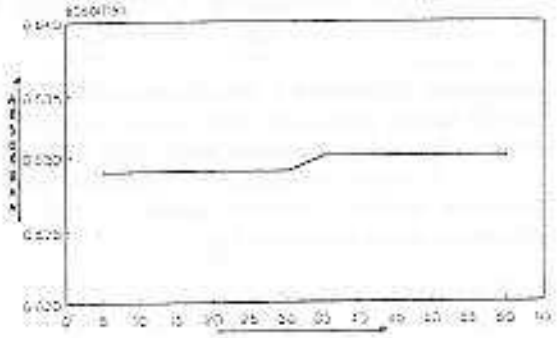
Volume (ml)

Gambar 2. Kurva fariasi volome 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 hija penelitian ini adalah 0,5 ml. Pada volume sebelum dan sesudah 0,5 ml kemun penyerapan dipengaruhi oleh ion pengganggu lainnya (Boltz, 1978).

Kestabilan komplek

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



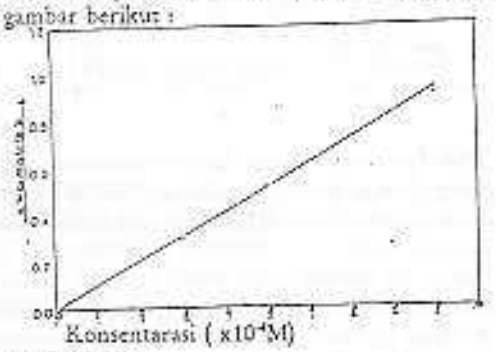
Waktu (menit)

Gambar 3. Kurva penentuan kestabilan komplek

Gambar 3 terlihat bahwa komplek yang terbentuk adalah stabil sampai 60 menit, bahwa penyerapan sinar terhadap vanadomolibdofosfat malakit hijau tidak mengalan guan selama 60 menit, baik gangguan kimia seperti ion-ion pengganggu maupun ga alat dan aliran listrik (Vogel, 1961).

Penentuan kalibrasi standar fosfat

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



Konsentarasi ($x10^{-4}$M)

Gambar 4 : kurva kalibrasi standar fosfat

Dari gambar terlihat bahwa kurva linear sampai $9x10^{-4}$M (85,5 ppm). Batas det $9,72x10^{-5}$M, 9,23 ppm). Rumus regresinya : Y = 0,0092 + 1018,48485X dan r^2 = 0,999. Tingg r^2 menunjukan bahwa metoda ini dapat digunakan untuk menaksir konsentrasi de keteparan 99%.

Dari gambar 1,2,3,4 dapat dilihat secara reagen ganda cukup selektiv dan s kerena gangguan ionsilikat dapat diatasi denagan adanya vanadat. Metoda reagen ganda d menggunakan reagen asam fosfomolibdat dan reagen asam vanadat seperti reaksi beriki

$$H_3P(Mo_3O_{12})_4 + HVO_3 \longrightarrow H_3VO_3P(Mo_3O_{12})_4 + H_2O$$

asam fosfomolibdat

dan produk reduksinya fosfomolibdenum biru. Cara ini kurang selektif dan kurang st kerena taudah dipengaruhi oleh ion-ion pengganggu seperti silikat dan arsenat sehir menyulitkan dalam penentuan kadar fosfat (Motomizu, 1988).

Vanadomomolibdofosfat merupakan penyatuan dari kedua cara diatas dim amonium milibdat amonium vanadat dicampur jadi satu dalam asam sulfat sebe digunakan untuk penentuan fosfor :

$$H_3PO_4 + HVO_3 + 12MoO_4^{=} + 26H^+ \longrightarrow H_3VO_3P(Mo3O_{12})_4 + 13H_2O$$

asam vanadomolibdofosfat

Motomizu berkesimpulan bahwa metoda spektrofotometri sangat sederhana dan sele untuk penentuan fosfo dengan perwarnaan perakit hijau.

Pengukuran sampel

Dari sembilan kali perlakuan maka diperoleh konsentrasi rata-rata fosfor dari ketiga j 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 re tinggi bila dibandingkan dengan sampel lainnya. Hal disebabkan pada proses rafina minyak sawit kasar diperlukan asam fosfat encer sedangkan dalam minyak sawit kasar t terdapat 0,05 - 0,10 fosfosida (Loebis, 1988). Disini degoming fosfosida akan bere dengan air menjadi getah berair yang tidak larut dalam minyak dan mudah dipisahkan d alat pemusing. Getah berair yang banyak mengandung fosfat ini biasanya dinetralkan den natrium hodroksida sebelum dibuang kesaluran limbah. Jadi kadar fosfor dari limbah Inkasi Raya selain berasal dari fosfotida juga berasal dari asam fosfat encer yang diguna

untuk pengikat pengotor-pengotor dari minyak kelapa sawit kasar. Hal inilah y menyebabkan tingginya kadar fosfor dari air limbah PT Inkasi Raya. Kadar fosfor pada sungai jauh lebih kecil dari sampel limbah PT Inkasi Raya kerena limbah PT Inkasi R tidak mencemari tempat sampel yang diambil walaupun limbah PT Inkasi Raya dibu kebadan sungai ini.

Kadar fosfor pada air limbah rumah tangga lebih tinggi bila dibandingkan den fosfor air sungai. Hal ini karena pada aktifitas rumah tangga seperti mencuci dan ma menghasilkan limbah fosfor (Sugiarto, 1987).

Setelah diketahui kadar fosfor dari masing-masing sampel maka ditentukan stan deviasi dan standar deviasi relatifnya yaitu untuk sampel limbah rumah tangga stan deviasi 6,99 dan standar deviasi relatif 29,24%, untuk sampel air sungai standar deviasi 0, dan standar deviasi relarif 47.48%, untuk limbah PT Inkasi Raya standar deviasi 16,1 standar deviasi relatif 2,60%.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa penentuan fosfor mel reaksi vanadomolibdofosfat dilakukan pada panjang gelombang 640 nm. Volume mal hijau yang cocok untuk reaksi perwarnaan 0,5 ml. Reaksi vanado- molibdofosfat den malakit hijau stabil sampai 60 menit. Batas deteksi metoda ini adalah $9{,}72\times10^{-5}$M (9,23 pg dan kurva linear sampai 9×10^{-4}M (85,5 ppm).

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

DAFTAR PUSTAKA

1. Hillenbrand, W.F., and Lundel, G.E.F.,"Apliet Inorganic Analysis with Special Referer to Analysis of Metal, Minirals and Roks", 2nd ed, Jhon Willey & Son Inc, N York 1984, pp 647.

2. Sugiarto,"Air Limbah Dan Masalah Yang dapat Ditimbulkannya", Universitas Indone Jakarta 1987.

3. Thomas, L.C,"Colorimetric Chemical Analitical Methods ",The Tittomer England, 1987.

4. Boltz.D.F. and Howell, J.A., "Colorimetric Determination of Non Metals ", vol 8, 2' Jhon Willey & 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.,," Chenistry of The Elements", Pergamont Pr Toronto 1984.

7. Ewing, G.W., " Instrumental Methods of Chemical Analysis", 2nded,Mc Graw Hill B ,Company Inc New York 1966.

8. Vogel A.I, " A Teks Book of Quantitatif Analysis a Teoritical Aproach", 3rd. Mc G Hill Book Company Ltd, london 1961.

9. Loebis, B.," Rafinasi Minyak Sawit Secara Fisis Buletin Balai Penelitian Perkebu Medan 1988.