

Perbandingan Metode Penentuan Kadar Permanganat dalam Air Kran Secara Titrimetri dan Spektrofotometri UV-Vis

Puji Kurniawati*, Hanik Alfana

DIII Analisis Kimia, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta, Indonesia

* corresponding author: puji_kurniawati@uii.ac.id

DOI : [10.20885/ijca.vol2.iss2.art3](https://doi.org/10.20885/ijca.vol2.iss2.art3)

ARTIKEL INFO

Diterima : 25 Januari 2019
Direvisi : 03 September 2019
Diterbitkan : 23 September 2019
Kata kunci : angka permanganat, perbandingan metode, polutan organik

ABSTRAK

Perbandingan metode analisis ini dilakukan untuk membandingkan metode titrasi dengan spektrofotometri untuk penentuan angka permanganat. Angka permanganat secara titrimetri dan spektrometri pada sampel air masing-masing adalah 0,5724 mg/L dan 0,1417 mg/L. Kedua metode menunjukkan nilai presisi yang baik dengan menunjukkan % RSD $\leq 2\%$. Nilai %RSD untuk metode titrimetri dan spektrometri masing-masing adalah 0,91% dan 0%. Akurasi ditentukan dengan metode spike matrix. Nilai %Recovery untuk metode titrimetri dan spektrometri masing-masing adalah 102,0115% dan 88,40%. Kedua metode tersebut dapat diterapkan pada laboratorium pengujian tetapi memberikan hasil perbedaan yang signifikan terhadap angka permanganat, ditunjukkan dengan hasil uji t dengan $t_{tabel} > t_{hitung}$ artinya H_0 ditolak dan H_1 diterima.

1. PENDAHULUAN

Senyawa organik dengan konsentrasi yang besar pada badan air merupakan salah satu kontaminan yang berbahaya. Pada sistem pemurnian air minum, eliminasi senyawa organik merupakan salah satu poin efektivitas sistem tersebut [1]. Parameter untuk menentukan banyaknya polutan senyawa organik pada air dapat ditentukan dengan menentukan angka permanganat, *Biological Oxygen Demand* (BOD), atau *Chemical Oxygen Demand* (COD). Kelebihan bahan organik, nitrogen dan fosfor pada badan air dapat menyebabkan eutrofikasi. Monitoring eutrofikasi dan *bloom algae* pada perairan dapat dilakukan dengan menentukan parameter kimia seperti fosfor total, nitrogen total, ammonia, angka permanganat, kecepatan aliran, ketinggian air, dan pemeriksaan mikroskopis fitoplankton dan zooplankton [2].

Angka permanganat adalah ukuran dari jumlah oksigen yang diperoleh dari kalium permanganat untuk mengoksidasi polutan senyawa organik dan anorganik pada sampel [3]. Dalam sampel air limbah domestik, angka permanganat memiliki hubungan linear yang signifikan dengan *Total Suspended Solid* (TSS) [3]. Oleh karena itu, koloid dan padatan terlarut dapat menginterferensi pengukuran angka permanganat secara spektrometri.

Penentuan angka permanganat dapat dilakukan dengan metode titrimetri dan spektrometri. Penelitian ini dilakukan perbandingan kedua metode tersebut dengan menggunakan uji t dan penjaminan mutu pengujian dilakukan dengan menghitung presisi dan akurasi dari masing-masing metode. Hasil yang diperoleh akan dibandingkan dengan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia nomor 492/MENKES/PER/IV/2010 tentang persyaratan kualitas air minum yaitu kadar permanganat yang diperbolehkan dalam sampel air tidak boleh lebih dari 10 mg/L.



2. METODE

2.1. Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah H₂SO₄ p.a (Merck), KMnO₄ (Merck), (COOH)₂•2H₂O (Merck), CaCl₂ (Merck), Na₂SO₄•5H₂O (Merck), natrium oksalat (Merck), dan akuades. Peralatan yang digunakan adalah alat gelas (Iwaki), *stop watch*, pemanas listrik, spektrofotometer UV-Vis (Genesys 20), neraca analitik (Ohaus), dan termometer. Sampel air yang digunakan pada penelitian ini merupakan air tanah yang diambil di Laboratorium Kimia UII. Sampel dikumpulkan di 5 titik yang berbeda dan diawetkan dengan cara ditambahkan H₂SO₄ sampai pH < 2. Sampel selanjutnya dimasukkan ke dalam wadah plastik dan disimpan di bawah suhu 18°C.

2.2. Penentuan Angka Permanganat Secara Titrimetri

Cara uji angka permanganat secara titrimetri mengacu pada prosedur SNI 06-6989.22-2004. Contoh uji diambil 100 mL, dimasukkan dalam erlenmeyer dan ditambahkan 3 butir batu didih. Kalium permanganat 0,01 N ditambahkan beberapa tetes ke dalam contoh uji hingga terjadi warna merah muda. Sebanyak 5 mL asam sulfat 8 N bebas zat organik ditambahkan dalam erlenmeyer dan dipanaskan di atas pemanas listrik pada suhu 105 ± 2°C. langkah selanjutnya adalah ditambahkan 10 mL larutan baku kalium permanganat 0,01 N dan dipanaskan hingga mendidih selama 10 menit. Contoh uji kemudian ditambahkan 10 mL larutan baku oksalat 0,01 N dan dititrasi menggunakan kalium permanganat 0,01 N. Angka permanganat dihitung dengan menggunakan persamaan 1.

$$\text{KMnO}_4 \frac{\text{mg}}{\text{L}} = \frac{[(10-a)b-(10c)] \times 31,6 \times 1000}{d} \times f \dots\dots\dots(1)$$

Pengertian a: volume titran yang dibutuhkan; b: normalitas KMnO₄; c: normalitas asam oksalat; d: volume contoh dan f: faktor pengenceran contoh uji.

2.3. Penentuan Angka Permanganat Secara Spektrometri

Cara uji angka permanganat secara spektrometri mengikuti cara kerja *standard methods* 4500-KMnO₄. Kurva kalibrasi dibuat dengan menggunakan larutan standar kalium permanganat pada konsentrasi 0,25 – 1,5 mg/L. Sebanyak 100 mL sampel ditambah 0,1 mL larutan CaCl₂ dan 0,1 mL larutan kalium tiosulfat per 1 mg/KMnO₄. Larutan deret kalibrasi dan sampel dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 525 nm. Angka permanganat ditentukan dengan menggunakan persamaan 2.

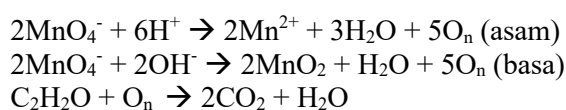
$$\text{Absorbansi} = A - B \dots\dots\dots(2)$$

Dimana A: absorbansi sampel dan B: absorbansi blangko.

3. HASIL PENELITIAN

3.1. Angka Permanganat Secara Titrimetri

Prinsip analisis ini adalah oksidasi zat organik yang ada pada sampel oleh KMnO₄ dan selanjutnya kelebihan KMnO₄ akan direduksi oleh asam oksalat berlebih. Kelebihan asam oksalat selanjutnya dititrasi balik dengan menggunakan KMnO₄ yang sudah distandarisasi. Secara umum, angka permanganat merupakan pengukuran jumlah oksigen yang dihasilkan dari reduksi KMnO₄ pada suasana asam atau basa [3]. Titrasi tidak menggunakan indikator sebagai acuan penentuan titik akhir titrasi karena perubahan ion MnO₄⁻ menjadi Mn²⁺ sudah memberikan perubahan warna. Secara umum reaksi yang terjadi pada penentuan angka permanganat dapat dilihat pada reaksi di bawah ini.



TABEL I. Hasil Penentuan Angka Permanganat Secara Titration

Pengulangan	Volume oksalat (mL)	Volume titran (mL)	Angka Permanganat (mg/L)
1	10	4,050	0,5745
2	10	4,045	0,6128
3	10	4,055	0,5362
4	10	4,052	0,5592
5	10	4,050	0,5745
6	10	4,050	0,5745
7	10	4,050	0,5745
		Rata-rata	0,5724
		% RSD	0,91

Penentuan angka permanganat secara titration redoks dengan 7x pengulangan menghasilkan rerata hasil 0,5724 mg/L (TABEL 1). Hasil penentuan tersebut dikatakan presisi karena nilai %RSD \leq 2%. Jika dibandingkan dengan baku mutu, angka permanganat hasil penentuan masih berada di bawah batas atas yang diperbolehkan yaitu 10 mg/L sehingga kualitas air sehat dan dapat dikonsumsi [4].

Akurasi penentuan angka permanganat secara titrimetri dapat dilakukan dengan menambahkan *spike matrix* dan ditentukan nilai % *Recovery*. Berdasarkan data pada TABEL 2, hasil penentuan akurasi adalah 102,0115% dan masih dalam rentang yang baik yaitu 80 – 120% [5][6] atau 85 – 115% [7]. Hasil penentuan angka permanganat secara titrimetri dapat dilakukan dengan baik karena memenuhi keberterimaan nilai presisi dan akurasi.

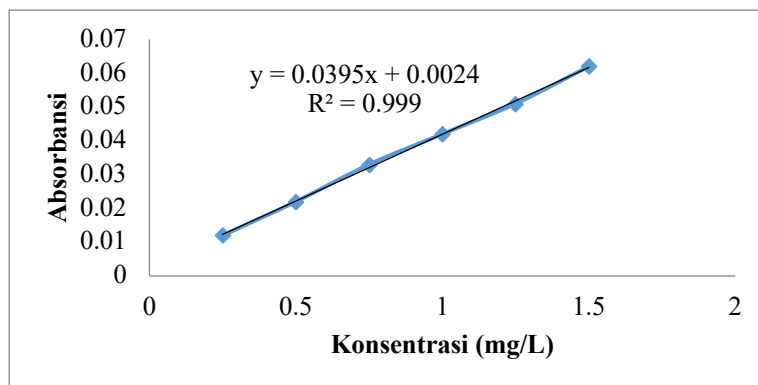
TABEL II. Hasil Analisis *Recovery*

C spiking (mg/L)	C target (mg/L)	<i>Recovery</i> (%)
1,724	0,584	102,0115
1,724	0,584	102,0115
rata-rata		102,0115

3.2. Angka Permanganat Secara Spektrometri

Penentuan angka permanganat secara spektrometri dilakukan dengan menggunakan instrumen spektrofotometri UV-Vis. Prinsip penentuan ini dilakukan dengan menghitung kadar kalium permanganat secara langsung pada panjang gelombang 525 nm. Secara umum, larutan kalium permanganat memberikan warna dari merah muda sampai ungu tergantung pada proporsi konsentrasinya. Metode ini lebih sederhana dibandingkan dengan metode titrimetri dan dapat menentukan angka permanganat dengan konsentrasi kecil.

Metode analisis data yang digunakan adalah tehnik kurva kalibrasi dengan menggunakan rentang deret standar 0,25 – 1,5 mg/L. Penentuan panjang gelombang dilakukan pada rentang panjang gelombang 517 – 531 nm dengan menggunakan larutan standar 1 mg/L. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh adalah 525 nm. Hasil penentuan persamaan kurva kalibrasi dapat dilihat pada Gambar 1 dan Tabel 3.



Gambar 1. Kurva Kalibrasi

TABEL III. Analisis Deret Kalibrasi

Parameter	Nilai
Slope	0,0395
Intersep	0,0024
R	0,9995
R ²	0,9990
Sy/x	0,0050
LOD	0,0453 mg/L
LOQ	0,1511 mg/L

Persamaan regresi linear yang dapat diperoleh dari hasil interpolasi konsentrasi dan absorbansi adalah $y = 0,0395x + 0,0024$. Persamaan tersebut memenuhi syarat linearitas dengan nilai koefisien korelasi ($R \geq 0,995$) [8]. Penentuan *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantitation* (LOQ) adalah 0,0453 dan 0,1511 mg/L. Batas deteksi merupakan sampel yang dideteksi dimana jumlah analit terkecil yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan yang selanjutnya akan dibandingkan dengan blanko. Batas kuantitasi merupakan kuantitas terkecil dari sampel yang masih memenuhi parameter dan masih masuk kriteria cermat dan seksama.

TABEL IV. Hasil Penentuan Angka Permanganat Secara Spektrometri

Pengulangan	Absorbansi	Angka Permanganat (mg/L)
1	0,008	0,1417
2	0,008	0,1417
3	0,008	0,1417
4	0,008	0,1417
5	0,008	0,1417
6	0,008	0,1417
	rata-rata	0,1417
	%RSD	0

Tabel 4 menunjukkan bahwa pengukuran angka permanganat secara spektrometri memiliki presisi yang baik dengan nilai %RSD sebesar 0%. Nilai tersebut sesuai dengan referensi yaitu $\%RSD \leq 2\%$. Hasil pengukuran angka permanganat juga masih di bawah baku mutu maksimal nilai angka permanganat sesuai peraturan pemerintah yaitu 10 mg/L [4]. Akan tetapi, nilai angka permanganat yang diperoleh berada di bawah LOQ sehingga kesalahan pengukuran nilai sebenarnya masih cukup besar. Penambahan CaCl_2 pada preparasi sampel untuk menghilangkan interferensi dari koloid MnO_2 dan padatan terlarut lainnya.

3.3. Perbandingan Metode

Perbandingan metode penentuang angka permanganat secara titrimetri dan spektrometri dapat dilakukan dengan secara statistic dengan uji t. Uji t merupakan uji yang dilakukan untuk membandingkan kedua metode atau grup yang saling berpasangan. Metode berpasangan diartikan bahwa kedua metode tersebut memiliki sampel dan subjek yang sama namun memiliki perlakuan yang berbeda.

TABEL V. Hasil Uji t Perbandingan Metode Titrimetri dan Spektrometri

	Titrimetri	Spektrometri
Mean	0,57235671	0,138155515
Variance	0,000522575	9,15604E-05
Observations	7	7
Pearson Correlation	-0,042220033	
Hypothesized Mean Difference	0	
Df	6	
t Stat	45,67446411	
P(T<=t) two-tail	7,37885E-09	
t Critical two-tail	3,707428021	

Hipotesis hasil uji t apabila H_0 tidak ada perbedaan yang signifikan dan H_1 ada perbedaan yang signifikan. Berdasarkan tabel 4.8 menunjukkan $t_{tabel} > t_{hitung}$ artinya H_0 ditolak dan H_1 diterima, sehingga perbandingan metode penentuan angka permanganat dalam air kran memberikan perbedaan yang signifikan terhadap metode titrimetri dan metode spektrofotometri UV-Vis.

4. KESIMPULAN

Hasil angka permanganat dengan metode titrimetri diperoleh kadar sebesar 0,5724 mg/L, sedangkan untuk metode spektrofotometri UV-Vis sebesar 0,1417 mg/L. Hasil kedua metode tersebut sesuai standar yang mengacu pada peraturan menteri kesehatan republik indonesia nomor 492/ MENKES/ PER/ IV/ 2010 tentang persyaratan kualitas air minum dengan kadar maksimum 10 mg/L. Hasil verifikasi kadar permanganat dengan metode titrasi diperoleh nilai %Recovery 93,19% dan presisi sebesar 0,91%, sedangkan untuk metode spektrofotometri UV-Vis diperoleh nilai %Recovery 88,40% dan presisi sebesar 0% dengan nilai koefisien determinasi 0,9990 dan LOD sebesar 0,0453 dan LOQ sebesar 0,1511. Perbandingan pengujian kadar permanganat menggunakan metode titrimetri maupun metode spektrofotometri UV-Vis merupakan metode yang sama-sama baik yang menunjukkan $t_{tabel} > t_{hitung}$ artinya H_0 ditolak dan H_1 diterima, sehingga perbandingan metode penentuan angka permanganat dalam air kran memberikan perbedaan yang signifikan terhadap metode titrimetri dan metode spektrofotometri UV-Vis.

Daftar Pustaka

- [1] A. Pietrzyk and D. Papciak, "Removal of organic compounds from natural underground water in sorption and sono-sorption processes on selected activated carbons," *E3S Web Conf.*, vol. 17, p. 00074, 2017.
- [2] S. Wu, S. Gao, X. Hu, S. Weng, and L. Guo, "Study on the influence on water ecosystem by a lake inflow filtration system," *Proc. Int. Assoc. Hydrol. Sci.*, vol. 379, pp. 363–369, 2018.
- [3] I. . Uwidia and C. M. . Ademoroti, "Regression Analysis Of Permanganate Value (Pv) On Suspended Solids (Ss), Biochemical Oxygen Demand (Bod), And Chemical Oxygen Demand (Cod) In Domestic Sewage Obtained From An Estate In Warri, Nigeria," *J. Chem. Soc. Niger.*, vol. 41, no. 2, pp. 68–72,

2016.

- [4] Kementerian Kesehatan RI, "Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Tentang Syarat-syarat Dan Pengawasan Kualitas Air," 1990.
- [5] V. S. Ribeiro, G. S. dos Santos, W. N. L. dos Santos, R. G. O. Araujo, and C. A. B. Garcia, "Multivariate optimization for the determination of total inorganic arsenic in produced water samples using hydride generation atomic fluorescence spectrometry," *Brazilian J. Anal. Chem.*, vol. 4, no. 13, pp. 30–37, 2016.
- [6] N. Aslan, P. E. Erden, E. Canel, and E. Kilic, "Development and validation of a potentiometric titration method for the determination of montelukast sodium in a pharmaceutical preparation and its protonation constant," vol. 46, no. 3, pp. 497–502, 2014.
- [7] Standar Nasional Indonesia, "Air dan air limbah - Bagian 22: Cara uji nilai permanganat secara titrimetri." 2004.
- [8] I. G. Tanase, D.-E. Popa, and M. Buleandra, *Validation of and Analytical Quantitative Determination Method of Chloride Anion From Drinking and Surface Water, Using Direct Potentiometry With Chloride-Selective Electrode(II)*, vol. II, no. XVI. 2007.