

ANALISA KADAR FOSFAT (P-PO₄) DI PERAIRAN SUNGAI CITARUM DAN ANAK SUNGAINYA DENGAN METODE ASAM ASKORBAT

Dyah Ika Kusumaningtyas dan Puji Purnama

Teknisi Litkayasa pada Balai Penelitian Pemulihan dan Konservasi Sumber Daya Ikan
Teregistrasi I tanggal: 06 Maret 2017; Diterima setelah perbaikan tanggal: 08 Juni 2017;
Disetujui terbit tanggal: 13 Juni 2017

PENDAHULUAN

Sungai Citarum merupakan sungai terpanjang di Jawa Barat dengan panjang 350 km, bersumber dari Gunung Wayang (Bandung) dan bermuara ke Laut Jawa sebelah timur Jakarta. Permasalahan di Sungai Citarum diakibatkan pesatnya urbanisasi dan pertumbuhan penduduk yang berdampak pada bertambahnya limbah yang dihasilkan (Birry dan Meutia, 2012). Masukan limbah industri maupun domestik ke sungai dapat menjadi sumber masukan fosfor yang dapat berpengaruh terhadap kualitas perairan (Effendi, 2003).

Fosfat merupakan salah satu bentuk persenyawaan fosfor yang dapat dijadikan sebagai faktor penentu kualitas air. Menurut Hariyadi (1991), fosfat terdapat di air alam atau air limbah sebagai senyawa polifosfat, fosfat organik dan ortofosfat. Menurut Alaerts (1984), bila kadar fosfat pada air alam sangat rendah (<0,01 mg/l P), pertumbuhan tanaman dan ganggang akan terhalang, keadaan ini dinamakan oligotrop. Namun bila kadar fosfat serta nutrisi lainnya tinggi, pertumbuhan tanaman dan ganggang tidak terbatas lagi (keadaan eutrof), sehingga tanaman tersebut dapat menghabiskan oksigen dalam sungai atau kolam pada malam hari.

Beberapa metode baku analisa fosfat dalam air, diantaranya metode *stannous chloride*, *vanadomolybdophosphoric acid*, *ascorbic acid* (asam askorbat), *automated ascorbic acid reduction*, *flow injection analysis*, dan lain sebagainya. Kelebihan metode asam askorbat adalah mudah dalam preprasi sampel, praktis, murah dan cocok digunakan untuk analisis air permukaan dengan limit deteksi metode

10 µg P/l. Kelemahan metode asam askorbat (secara umum metode kolorimetri) terletak pada limit deteksi yang kurang sensitif jika dibandingkan dengan metode *automated ascorbic acid reduction* (0,001-10 mg P/l) atau *flow injection analysis* (5 µg P/l) (Anonimus c, 2005).

Metode asam askorbat telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode. Metode ini juga telah disepakati dan disetujui untuk analisa air (baik air permukaan, air sungai, danau, maupun air limbah) dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili ilmuwan instansi teknis, pemerintah pusat maupun daerah (Anonimus a, 2005). Oleh karena itu, analisa fosfat dalam sampel air Sungai Citarum dilakukan dengan menggunakan metode asam askorbat (SNI-06.6989.31-2005).

Makalah ini membahas tentang analisa kadar fosfat (P-PO₄) di perairan Sungai Citarum dan anak sungainya pada bagian hulu dan tengah, Propinsi Jawa Barat dengan metode asam askorbat.

POKOK BAHASAN

Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di aliran Sungai Citarum dan anak sungainya pada wilayah hulu dan tengah. Lokasi pengambilan sampel adalah Ciwidey (1), Cisangkri (2), Cikapundung (3), Cimeta (4) dan Cikao (5) yang masing masing mewakili daerah hulu pertanian (Ciwidey), hulu industri (Cisangkri), hulu perkotaan (Cikapundung), serta tengah (Cimeta dan Cikao). Pengambilan sampel dilakukan pada bulan Maret dan Juni 2016. Peta lokasi penelitian tertera pada Gambar 1.

Korespondensi penulis:

Jln. Cilalawi No. 1, Jatiluhur, Purwakarta-Jawa Barat

Reaksi hanya dapat berlangsung pada suasana asam sehingga apabila sampel bersifat basa harus diasamkan terlebih dahulu dengan penambahan larutan asam sulfat 5N.

Tahapan Analisa

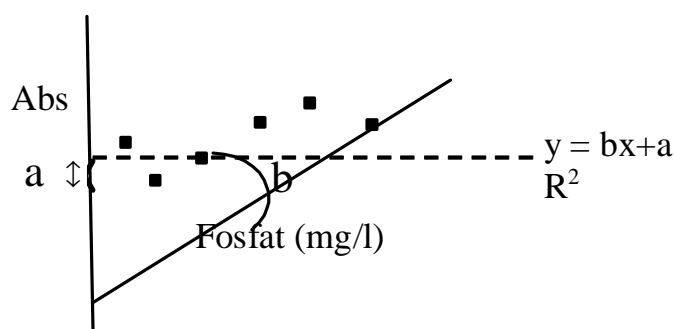
Tahapan analisa fosfat dibagi menjadi 3 langkah yaitu: pembuatan pereaksi kimia, penentuan kurva standar fosfat, dan penentuan konsentrasi fosfat dalam sampel, secara terinci sebagai berikut:

1. Pembuatan pereaksi kimia

- a. Larutan kalium antimonil tartrat
Serbuk kalium antimonil tartrat atau $(\text{KSbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebanyak 1,3715 gram. Kemudian dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 500 ml. Larutan disimpan dalam botol kaca bertutup
- b. Larutan asam sulfat, H_2SO_4 5N
Asam sulfat pekat dipipet sebanyak 70 ml dan dimasukkan secara hati-hati ke dalam *beaker glass* yang sudah berisi akuades 300 ml (dilakukan di dalam lemari asam). Larutan diencerkan dengan akuades sampai volume 500 ml selanjutnya diaduk dengan magnetik stirrer hingga homogen
- c. Larutan amonium molibdat
Serbuk ammonium molibdat atau $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ ditimbang sebanyak 20 gram. Kemudian dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 500 ml. Larutan disimpan dalam botol kaca bertutup.
- d. Larutan asam askorbat 0,1 M
Serbuk asam askorbat ditimbang sebanyak 1,76 gram, kemudian dilarutkan dalam 100 ml akuades. Larutan disimpan dalam botol kaca bertutup dan disimpan dalam *refrigerator*. Larutan ini stabil selama 1 minggu pada suhu 4°C .
- e. Larutan campuran
Sebanyak 50 ml H_2SO_4 5N, 5 ml larutan kalium antimonil tartrat, 15 ml larutan ammonium molibdat dan 30 ml larutan asam askorbat (pada point a sampai d) dituangkan dalam erlenmeyer selanjutnya dihomogenkan. Larutan campuran ini stabil dalam waktu 4 jam. Perlu diperhatikan bahwa "jangan digunakan jika reagen berwarna biru". Jika

terjadi kekeruhan, kocok dan biarkan beberapa menit sampai hilang kekeruhannya.

- f. Larutan indikator phenolphthalein (PP) 0,5%
Serbuk phenolphthalein ditimbang sebanyak 0,5 gram dan dimasukkan dalam labu ukur 100 ml. Ditambahkan dengan 63 ml etanol absolut (pa) selanjutnya ditambahkan dengan akuades sampai volume 100 ml. Larutan dikocok hingga serbuk larut sempurna.
- #### 2. Penentuan Kurva Standar Fosfat
- a. Pembuatan Larutan Induk Fosfat, 500 mg/l $\text{PO}_4\text{-P}$
Serbuk kalium dihidrogen fosfat atau KH_2PO_4 dengan kemurnian 100% menurut COA ditimbang 2,195 gram dan dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 ml. Jika kemurnian $< 100\%$ maka dilakukan perhitungan dengan mempertimbangkan komposisi yang tertera dalam COA. Selanjutnya dilarutkan dengan akuades sampai tanda batas hingga homogen.
 - b. Pembuatan Larutan Baku Fosfat, 10 mg/l $\text{PO}_4\text{-P}$
Larutan fosfat 50 mg/l (point a) dipipet sebanyak 10 ml dan dimasukkan dalam labu ukur 1000 ml. Selanjutnya dilarutkan dengan akuades sampai tanda batas
 - c. Pembuatan Larutan Kerja Fosfat (0; 0,2; 0,4; 0,8; 1,0 mg/l $\text{PO}_4\text{-P}$)
Larutan baku fosfat 10 mg/l $\text{PO}_4\text{-P}$ (point b) dipipet 0,0 ml; 5 ml; 10 ml; 20 ml; dan 25 ml. Masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 250 ml. Selanjutnya ditambahkan akuades sampai tanda tera dan dikocok
 - d. Pembuatan Kurva Standar Fosfat
Spektrofotometer dioptimalkan sesuai petunjuk penggunaan alat. Masing-masing larutan kerja fosfat dipipet sebanyak 50 ml ke dalam erlenmeyer. Ditambahkan 1 tetes indikator PP, jika berwarna merah maka ditambahkan tetes demi tetes H_2SO_4 5N sampai warna merah hilang. Selanjutnya ditambahkan 8 ml larutan campuran dan aduk sampai homogen. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang 880 nm dalam kisaran waktu 10 sampai 30 menit, dicatat absorbansinya, dan ditentukan persamaan atau kurva standar fosfat (konsentrasi fosfat sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y). Kurva standar fosfat dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Kurva standar Fosfat

Pengukuran kurva standar dilakukan triplo. Hasil dari pengukuran triplo masing-masing ditentukan nilai R^2 dan persamaan liniernya ($y = bx+a$).

3. Penentuan fosfat dalam sampel

Sampel dipipet sebanyak 50 ml ke dalam erlenmeyer. Ditambahkan 1 tetes indikator PP, jika berwarna merah maka ditambahkan tetes demi tetes H_2SO_4 5N sampai warna merah hilang. Selanjutnya ditambahkan 8 ml larutan campuran dan diaduk sampai homogen. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang 880 nm dalam kisaran waktu 10 sampai 30 menit, dicatat absorbansinya, dan ditentukan konsentrasinya berdasarkan persamaan atau kurva standar yang didapatkan. Sampel dianalisis duplo, jika perbedaan konsentrasi fosfat analisis duplo lebih dari 5% maka dilakukan analisis triplo.

Pembuatan semua pereaksi kimia, pembuatan kurva standar dan analisa sampel digunakan akuades yang murni atau bebas dari mineral kontaminan. Kemurnian akuades ditunjukkan dengan nilai konduktivitas $<2 \mu S/cm$ dan pH berkisar 6 -7,5 (Anonimus b, 2005).

HASIL

Kadar Fosfat ($P-PO_4$) Di Perairan Sungai Citarum Dan Anak Sungainya

Metode asam askorbat menghasilkan larutan fosfat berwarna biru yang semakin pekat intensitasnya dengan peningkatan konsentrasi fosfat. Menurut Kusumaningtyas (2010), pengukuran fosfat dengan metode *stannous chloride* juga menghasilkan warna biru yang bertambah intensitasnya dengan peningkatan konsentrasi fosfat. Walaupun sama-sama menghasilkan senyawa kompleks yang berwarna biru, terdapat perbedaan mendasar dari kedua metode tersebut. Perbedaan tersebut terletak pada reaksi oksidasi-reduksi serta panjang gelombang maksimum

yang digunakan. Pada metode asam askorbat, digunakan oksidator asam askorbat sehingga terbentuk senyawa *heteropoly acid-phosphomolybdic acid* dalam suasana asam. Menurut Anonimus dalam Kusumaningtyas (2010), pada metode *stannous chloride* digunakan reduktor *stannous chloride* sehingga terbentuk senyawa kompleks biru molibdenum. Panjang gelombang maksimum untuk metode asam askorbat adalah 880 nm, sementara panjang gelombang maksimum untuk metode *stannous chloride* adalah 690 nm.

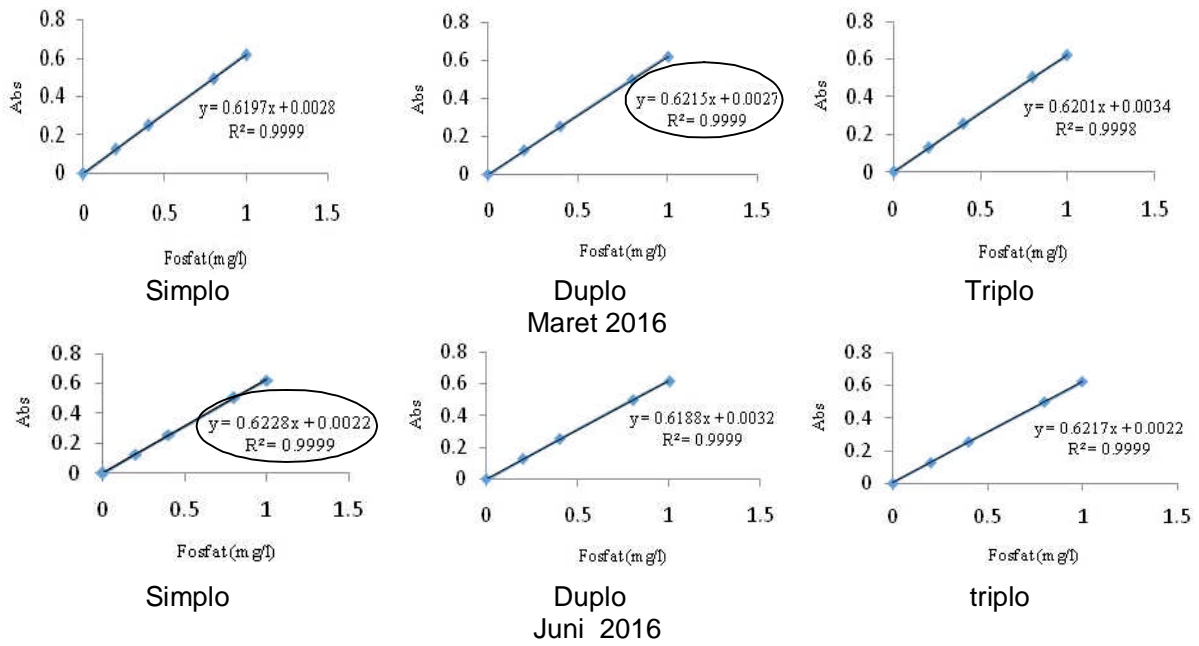
Kurva standar fosfat dengan metode asam askorbat pada bulan Maret dan Juni dapat dilihat pada Gambar 3.

Kurva standar fosfat yang dipilih untuk digunakan dalam penentuan kadar fosfat pada bulan Maret dan Juni 2016 secara berturut-turut mempunyai persamaan linier $y = 0,6215x+0,0027$ ($R^2 = 0,9999$) dan $y = 0,6228x+0,0022$ ($R^2 = 0,9999$). Pemilihan kurva tersebut didasarkan pada nilai regresi (R^2) $>0,97$ dan persamaan linier dengan nilai *slope* (b) yang paling besar, dari persamaan linier dapat dihitung nilai konsentrasi fosfat dalam sampel dengan memplotkan nilai absorbansi pada persamaan linier yang didapatkan.

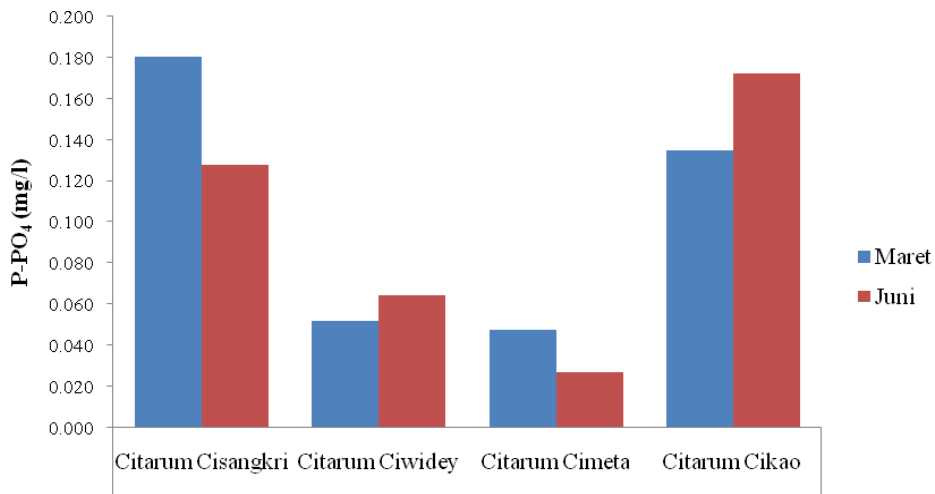
Penentuan fosfat di dalam sampel dilakukan dengan mempertimbangkan nilai absorbansi maksimal dalam kurva standar. Apabila nilai absorbansi sampel di luar rentang kurva kalibrasi maka dilakukan pengenceran. Absorbansi sampel yang diamati dalam penelitian ini masih berada dalam rentang kurva standar sehingga tidak perlu dilakukan pengenceran sampel.

Tingkat Kesuburan Perairan

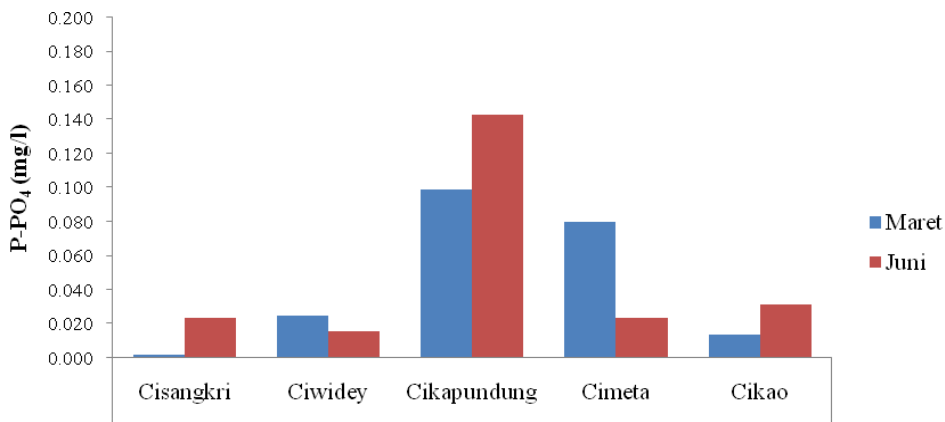
Hasil pengukuran fosfat di perairan Sungai Citarum dan anak sungainya pada bulan Maret dan Juni 2016 tertera pada Gambar 4.



Gambar 3. Kurva Standar Fosfat pada Bulan Maret dan Juni 2016



(a) Sungai Citarum



(b) Anak Sungai Citarum

Gambar 4. Hasil pengukuran fosfat pada perairan Sungai Citarum dan anak sungainya pada bulan Maret dan Juni 2016

Konsentrasi fosfat di perairan Sungai Citarum berkisar 0,027-0,181 mg/l P-PO₄, sementara konsentrasi fosfat di perairan anak sungai Citarum berkisar 0,002-0,143 mg/l P-PO₄. Konsentrasi fosfat tertinggi berada di Sungai Citarum-Cisangkri pada bulan Maret dengan konsentrasi fosfat sebesar 0,181 mg/l P-PO₄. Secara umum konsentrasi fosfat di Sungai Citarum lebih tinggi daripada di anak sungainya. Hal ini disebabkan sungai utama mengakumulasi seluruh beban pencemaran dari anak-anak sungai yang bermuara ke Sungai Citarum.

Konsentrasi fosfat pada anak sungai tertinggi berada di Sungai Cikapundung pada bulan Juni dengan nilai 0,143 mg/l P-PO₄. Sungai Cikapundung mewakili daerah perkotaan yang padat penduduk. Menurut Anonimus (2015), dari beberapa sungai yang berada di Daerah Aliran Sungai (DAS) Citarum, Sungai Cikapundung menduduki peringkat pertama yang memiliki tingkat pencemaran paling tinggi, kemudian disusul oleh Sungai Cirasea, Cisangkuy, Citarik, Cikeruh, dan Ciwidey.

Klasifikasi tingkat kesuburan perairan sungai Citarum dan anak sungainya dapat dilihat pada Tabel 1. Perairan Sungai Citarum berdasarkan kadar fosfatnya dapat diklasifikasikan dalam perairan eutrofik hingga *hypereutrofik*. Sungai Citarum Ciwidey dan Citarum Cimeta tergolong eutrofik, sementara Sungai Citarum Cisangkri dan Citarum Cikao tergolong *hypereutrofik*. Kondisi *hypereutrofik* menunjukkan bahwa terjadi pencemaran fosfat yang sudah sangat tinggi di Sungai Citarum utama.

Perairan anak sungai Citarum berdasarkan kadar fosfatnya dapat diklasifikasikan dalam perairan eutrofik hingga *hypereutrofik*. Perairan Sungai Cisangkri, Ciwidey dan Cikao tergolong mesotrofik; Sungai Cimeta tergolong eutrofik; serta Sungai Cikapundung tergolong *hypereutrofik*. Kondisi *hypereutrofik* di perairan Sungai Cikapundung menunjukkan bahwa terjadi pencemaran fosfat yang sudah sangat tinggi di lingkungan perkotaan.

Tabel 1. Klasifikasi perairan Sungai Citarum berdasarkan kadar fosfatnya.

Stasiun	Klasifikasi tingkat kesuburan				Keterangan
	Maret	Juni	Rerata	Klasifikasi	
A. Sungai Citarum					Vollenweider dalam Effendi (2003) mengklasifikasikan perairan berdasarkan kadar fosfat sebagai berikut:
Citarum Cisangkri	0.181	0.128	0.154	<i>Hypereutrofik</i>	
Citarum Ciwidey	0.052	0.065	0.058	Eutrofik	
Citarum Cimeta	0.048	0.027	0.037	Eutrofik	
Citarum Cikao	0.135	0.172	0.154	<i>Hypereutrofik</i>	Oligotrofik (0.003-0.010 mg/l) Mesotrofik (0.011-0.030 mg/l) Eutrofik (0.031-0.100 mg/l) Hypereutrofik > 0,100mg/l
B. Anak Sungai Citarum					
Cisangkri	0.002	0.024	0.013	Mesotrofik	
Ciwidey	0.025	0.016	0.020	Mesotrofik	
Cikapundung	0.099	0.143	0.121	<i>Hypereutrofik</i>	
Cimeta	0.080	0.024	0.052	Eutrofik	
Cikao	0.013	0.031	0.022	Mesotrofik	

Menurut Effendi (2003), keberadaan fosfor secara berlebihan yang disertai dengan keberadaan nitrogen dapat menstimulir ledakan pertumbuhan algae di perairan (*algae bloom*). Algae yang berlimpah ini dapat membentuk lapisan pada permukaan air, yang selanjutnya dapat menghambat penetrasi oksigen dan cahaya matahari sehingga kurang menguntungkan bagi ekosistem perairan.

KESIMPULAN

Konsentrasi fosfat di perairan Sungai Citarum berkisar 0,027-0,181 mg/l P-PO₄, sementara konsentrasi fosfat di perairan anak sungai Citarum berkisar 0,002-0,143 mg/l P-PO₄. Konsentrasi fosfat

tertinggi berada di Sungai Citarum-Cisangkri pada bulan Maret 2016. Konsentrasi fosfat pada anak sungai tertinggi berada di Sungai Cikapundung pada bulan Juni 2016. Perairan Sungai Citarum berdasarkan kadar fosfatnya dapat diklasifikasikan dalam perairan eutrofik hingga *hypereutrofik*, sementara anak sungai Citarum tergolong dalam perairan mesotrofik hingga *hypereutrofik*.

PERSANTUNAN

Penelitian ini merupakan bagian dari kegiatan penelitian “Teknologi Pengendalian Pencemaran Perairan Sungai dan Modeling Kualitas Air di DAS Citarum, Jawa Barat”, dibiayai APBN Tahun Anggaran

2016. Penulis mengucapkan terima kasih kepada Prof. Dr. Krismono, MS yang telah mengizinkan untuk menggunakan data penelitian dan Lismining Pujiyani Astuti, SP., M.Si yang telah memberikan masukan dan membantu dalam penulisan makalah.

DAFTAR PUSTAKA

Alaerts., dan Santika S. S. (1984). *Metoda Penelitian Air* (Hal: 309). Surabaya: Usaha Nasional.

Anonimus. (2005). Air dan Air Limbah-Bagian 31: Cara uji kadar fosfat dengan spektrofotometer secara asam askorbat. *SNI 06-6989.31-2005*. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional

Anonimus. (2005). Persyaratan Tambahan untuk Laboratorium Pengujian Kimia dan Pengujian Biologi (Hal 7). *DPLP 06 rev 0 SR 02*. Jakarta: Komite Akreditasi Nasional.

Anonimus. (2005). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. *American Public Health Asosiation* (4-146 – 4-156). 21st Ed. Washington: APHA.

Anonimus. (2015). *Pencemaran di Sungai Cikapundung*. <https://robiahadawiyah.wordpress.com/2011/08/19/pencemaran-air-di-sungai-cikapundung>

Anonimus. (2016). *Peta DAS Prioritas Citarum*. Bogor: Balai Pengelolaan Daerah Aliran Sungai dan Hutan

Lindung Citarum Ciliwung, Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan. [https:// sipdas.menlhk.go.id](https://sipdas.menlhk.go.id)

Birry, A.A., dan Meutia, H. (2012). Bahan Beracun Lepas Kendali, Sebuah Potret Pencemaran Bahan Kimia Berbahaya dan Beracun di Badan Sungai serta Beberapa Titik Pembuangan Industri Tak Bertuan (Studi Kasus Sungai Citarum). *Laporan GREENPEACE Asia Tenggara WALHI Jawa Barat*.

Effendi, H. (2003). *Telaah Kualitas Air bagi Pengelolaan Sumberdaya dan Lingkungan Perairan* (Hal: 257). Yogyakarta: Kanisius.

Fitria. (2008). Gambaran Umum Daerah Studi DAS Citarum. *Tugas Akhir* <http://digilib.itb.ac.id/files/disk1/555/jbptitbpp-gdl-mahastutih-27720-4-2007ta-4.pdf>

Hariyadi, S., Suryadiputra., dan Bambang, W. (1991), *Limnologi: Metoda Analisa Kualitas Air* (Hal: 124). Bogor: Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor.

Kusumaningtyas, D. I. 2010. Analisis Kadar Ortofosfat di Perairan Waduk Ir. H. Djuanda Periode Bulan Mei 2008. *Buletin Teknisi Litkayasa Volume 8 Nomor 1 Juni 2010. Hal 9-14*.