

PENUNTUN PRAKTIKUM LABORATORIUM LINGKUNGAN 1



**JURUSAN TEKNIK LINGKUNGAN
FAKULTAS ARSITEKTUR LANSKAP DAN TEKNOLOGI LINGKUNGAN
UNIVERSITAS TRISAKTI
2023**

PENUNTUN PRAKTIKUM LABORATORIUM LINGKUNGAN I

Disusun Oleh:

Dr. Ir. Diana Hendrawan, M. Si
Pramiati Purwaningrum., ST., MT

Erna
Rinia



**JURUSAN TEKNIK LINGKUNGAN
FAKULTAS ARSITEKTUR LANSKAP & TEKNOLOGI LINGKUNGAN
UNIVERSITAS TRISAKTI**

2023

**JADWAL KEGIATAN
PRAKTIKUM LABORATORIUM LINGKUNGAN
TAHUN AKADEMIK 2023-2024**

| No | TANGGAL | KEGIATAN |
|----|------------------|--------------------------------------------------|
| 1 | 5 Oktober 2023 | <i>Briefing</i> |
| 2 | 12 Oktober 2023 | Kekeruhan, TDS, TSS, VSS, DHL, dan Warna |
| 3 | 19 Oktober 2023 | Asiditas, Alkalinitas, dan CO ₂ Bebas |
| 4 | 26 Oktober 2023 | Kesadahan, Klorida, dan Sisa Klor |
| 5 | 02 November 2023 | Amonium, Nitrat, dan Nitrit, dan N-Total |
| 6 | 09 November 2023 | Sulfat dan Fosfat |
| 7 | | Besi dan Mangan |
| 8 | 16 November 2023 | UTS |
| 9 | 23 November 2023 | COD |
| 10 | | DO dan BOD |
| 11 | 30 November 2023 | KMnO ₄ |
| 12 | | Isoterm |
| 13 | 7 Desember 2023 | Jartest |
| 14 | 14 Desember 2023 | Lemak dan Minyak |
| | | Detergen |
| 15 | 21 Desember 2023 | UAS |

PENUNTUN DAN TATA TERTIB LABORATORIUM LINGKUNGAN

I. KEHADIRAN PRAKTIKUM

1. Praktikan harus berada di dalam laboratorium tepat pada waktunya dengan jadwal yang telah ditentukan, yaitu pukul **08.30 WIB**.
2. Praktikan tidak diperkenankan untuk mengikuti praktikum pada kelompok lain, selain yang ditentukan.
3. Bagi mahasiswa yang tidak mengikuti praktikum, maka yang bersangkutan harus memberikan surat keterangan.
4. Bagi mahasiswa yang 2 (dua) kali berturut-turut atau maksimum 2 (dua) kali pertemuan praktikum tidak hadir, maka yang bersangkutan akan dicoret dari daftar peserta praktikum dan harus mengulang pada tahun ajaran berikutnya.

II. PERLENGKAPAN UMUM

1. Perlengkapan yang **WAJIB** dibawa mahasiswa pada saat praktikum, antara lain:
 - a) Jas laboratorium berwarna putih.
 - b) Jurnal yang telah diisi.
 - c) Laporan praktikum minggu sebelumnya.
 - d) Lap (serbet), tisu, dan kertas alumunium.

Catatan: *Bagi mahasiswa yang tidak membawa perlengkapan diatas, maka yang bersangkutan tidak diperkenankan mengikuti praktikum.*
2. Selama kegiatan praktikum, seluruh alat perlengkapan praktikum yang tersedia menjadi **tanggung jawab mahasiswa** yang melakukan praktikum.
3. Apabila ada alat gelas maupun instrumentasi yang rusak atau pun hilang, maka mahasiswa yang bersangkutan **wajib untuk menggantinya dengan merk dan spesifikasi yang sama**.
4. Batas waktu penggantian alat yang rusak atau pun hilang **adalah sebelum Ujian Akhir Semester (UAS)**. Apabila tidak, maka nilai akhir tidak akan dikeluarkan.

III. SISTEM PENILAIAN

1. Nilai praktikum terdiri dari:

| No | Faktor Penilaian | Bobot Nilai |
|-------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| 1 | Persiapan: kedisiplinan dan pembuatan jurnal. | 5 % |
| 2 | Kuis (dilaksanakan sebelum praktikum) | 7,5 % |
| 3 | Praktikum: keterampilan, ketelitian, kecekatan, kerapian, kebersihan, dan kedisiplinan kerja. | 25 % |
| 4 | Laporan: teknik penyajian, perhitungan, pembahasan, dan kesimpulan. | 12,5 % |
| 5 | Ujian Tengah Semester (UTS) | 20 % |
| 6 | Ujian Akhir Semester (UAS) | 30 % |
| Total Nilai | | 100 % |

2. Praktikan dinyatakan **LULUS** praktikum Laboratorium Lingkungan, apabila nilai akhir yang tercantum minimal C.
3. Bagi mahasiswa yang tidak memenuhi syarat sebagaimana yang disebutkan diatas, maka yang bersangkutan diharuskan **mengulang praktikum** Laboratorium Lingkungan.

IV. LAIN-LAIN

1. Apabila ada mahasiswa yang belum melakukan kegiatan percobaan yang telah dijadwalkan, maka yang bersangkutan diberikan kesempatan untuk melakukan/mengulang kegiatan percobaan pada jadwal yang ditentukan oleh laboratorium sebelum dilaksanakannya UAS (Ujian Akhir Semester).
2. Pelaksanaan kegiatan percobaan susulan hanya diperkenankan bagi mahasiswa yang menyertakan surat keterangan berupa surat dokter atau pun surat izin dari orang tua/wali.
3. Hal-hal yang belum tercantum dalam peraturan tata tertib ini akan diatur kemudian dalam peraturan tersendiri.

Mengetahui,
Kepala Lab. Lingkungan

Hernani Yulinawati, ST, MURP

PETUNJUK UMUM

I. PERSIAPAN SEBELUM PRAKTIKUM

1. Membuat jurnal (rencana kerja) praktikum secara singkat dan diketik dengan rapi.
2. Mempelajari teori dasar percobaan yang akan dilakukan melalui diktat penuntun praktikum, bahan kuliah, *text book*, dan sebagainya.

II. HAL-HAL PENTING YANG HARUS DIPERHATIKAN DALAM PRAKTIKUM

1. Kehadiran Praktikum

- a) Mahasiswa harus **hadir tepat waktu dan diwajibkan menggunakan jas laboratorium dan dilarang menggunakan sandal atau pun sepatu berhak tinggi** dalam bentuk apapun. Gunakan sepatu yang menutupi seluruh kaki.
- b) Mahasiswa yang **terlambat hadir selama 30 menit, tidak diperkenankan mengikuti praktikum.**
- c) Mahasiswa yang hadir setelah kuis dilaksanakan, maka kepada yang bersangkutan tidak diberikan waktu tambahan. **Nilai kuis adalah nol.**
- d) Mahasiswa wajib mengisi daftar hadir. Jika tidak mengisi daftar hadir, maka dianggap mahasiswa yang bersangkutan belum/tidak mengikuti praktikum.

2. Persiapan Praktikum

Sebelum dilaksanakan praktikum, mahasiswa mempersiapkan kartu kehadiran, jurnal, dan perlengkapan lain yang dibutuhkan.

3. Kuis

Kuis dilaksanakan selama 10-15 menit sebelum pelaksanaan percobaan.

4. Peminjaman Alat

- a) Setiap mahasiswa wajib mempunyai daftar nama alat yang dipinjam yang telah disediakan oleh staf laboratorium
- b) Mahasiswa diharapkan memeriksa dan mencocokkan daftar nama yang tercantum dengan ketersediaan alat. Apabila ada kekurangan atau alat rusak, segera lapor kepada asisten atau staf laboratorium.
- c) Mahasiswa bertanggung jawab atas alat yang dipinjam pada masing-masing lemari (loker) selama melakukan praktikum.
- d) Dalam beberapa percobaan apabila mahasiswa membutuhkan tambahan peralatan, segera lapor ke staf laboratorium. Apabila telah selesai menggunakan peralatan tersebut, segera kembalikan pada staf laboratorium.

5. Pelaksanaan Praktikum

- a) Lakukan inventarisasi alat sebelum percobaan dimulai.
- b) Cucilah alat gelas sebelum pelaksanaan praktikum kemudian bilas dengan aquadest
- c) Bekerjalah dengan hati-hati dengan bahan kimia untuk mencegah terjadinya kontak bahan kimia dengan kulit atau pakaian. Gunakan pula semua peralatan

listrik dengan hati-hati untuk mencegah bahaya kebakaran atau hubungan arus pendek.

- d) Bacalah dengan cermat etiket pada wadah bahan kimia sebelum digunakan. Jika menggunakan bahan kimia yang berbau tajam seperti asam pekat, amoniak, fenol, dan bahan kimia lain yang mengeluarkan gas beracun, maka lakukan percobaan pada lemari asam.
- e) Segera bersihkan bahan kimia yang tumpah atau tercecer.
- f) Pahami apa yang harus dilakukan dalam percobaan. Bertanyalah pada asisten atau staf laboratorium apabila ragu-ragu.
- g) Jangan pernah meninggalkan percobaan yang belum selesai tanpa pengawasan. Beritahu asisten atau staf laboratorium jika terpaksa harus meninggalkan laboratorium.
- h) Selama praktikum mahasiswa dilarang membuat kegaduhan dan tindakan berbahaya sehingga dapat mengganggu mahasiswa lain.
- i) Asisten berhak menegur mahasiswa yang tidak mengikuti tata tertib yang berlaku.
- j) Dilarang makan atau minum selama melakukan praktikum

6. Hasil Pengamatan

- a) Segera tuliskan data percobaan dalam jurnal yang sudah dipersiapkan.
- b) Data percobaan harus disusun secara jelas, rapi, lengkap, namun tidak bertele-tele sehingga mudah dipahami. Susunlah dalam kolom-kolom apabila dibutuhkan.
- c) Setelah selesai disusun, data pengamatan diserahkan kepada asisten praktikum.

7. Setelah Pelaksanaan Praktikum

- a) Matikan seluruh peralatan yang berhubungan dengan listrik, lalu simpan alat tersebut pada tempatnya semula.
- b) Cucilah alat gelas setelah pelaksanaan praktikum, lalu kembalikan ke tempatnya semula.
- c) Bersihkan area kerja masing-masing mahasiswa.
- d) Buang kertas saring, kertas alumunium yang telah digunakan ke tempat sampah yang tersedia. Sementara zat kimia yang telah digunakan dalam praktikum dibuang dalam tempat penampung limbah. **Dilarang keras membuang zat kimia ke dalam wastafel.**

8. Laporan

- a) Tiap mahasiswa wajib menyelesaikan laporan praktikum, dan diserahkan kepada asisten sebelum praktikum dimulai pada minggu berikutnya.
- b) Laporan dibuat di kertas ukuran A4 (8.27 x 11.69" atau 210 x 297 mm), dengan ketentuan garis tepi: atas 4 cm, bawah 3 cm, kanan cm, dan kiri 4 cm.
- c) Laporan diketik rapi menggunakan huruf *Times New Roman* dengan ukuran 12 dan spasi 1,5.
- d) Halaman depan laporan praktikum harus dicantumkan:

- Nama mahasiswa
 - NIM
 - Nama kelompok
 - No/nama percobaan
 - Tanggal percobaan
- e) Susunan laporan praktikum yaitu:
- Nama percobaan
 - Tujuan percobaan
 - Teori dasar
 - Alat dan bahan
 - Cara kerja
 - Hasil pengamatan
 - Pembahasan
 - Kesimpulan
 - Daftar pustaka

9. Pertolongan Pertama Pada Kecelakaan

Ada beberapa kemungkinan kecelakaan yang dapat terjadi di laboratorium selama melakukan praktikum, antara lain:

a. Luka bakar

Bersihkan kulit tersebut dari kotoran yang menempel, lalu berikan minyak ikan atau salep. Selanjutnya segera ke dokter.

b. Kulit terkena asam atau basa kuat

- Cuci berulang-ulang dengan air mengalir untuk menghilangkan sisa zat kimia yang menempel.
- Jika terkena asam kuat, bilas dengan natrium bikarbonat 1-2 %. Sementara jika terkena basa kuat, segera bilas dengan asam borat H_3BO_4 1 %.

c. Mata terkena asam atau basa

- Jika mata terkena asam, segera cuci dengan air bersih selama 15-30 menit. Netralkan dengan natrium bikarbonat 1-2 %. Berikan setetes *castrol oil*, lalu diamkan sebentar.
- Jika mata terkena basa, segera cuci dengan air bersih selama 15-30 menit. Netralkan dengan asam borat 1 %. Berikan setetes *castrol oil*, lalu diamkan sebentar dalam mata sebagai obat pereda.

d. Mulut termasuk asam atau basa kuat

- Jika asam kuat masuk ke dalam mulut, segera keluarkan asam tersebut lalu mulut dicuci berulang kali dengan air, kemudian cuci kembali dengan natrium bikarbonat 0,5 %.
- Jika basa kuat masuk ke dalam mulut, segera keluarkan basa tersebut lalu mulut dicuci berulang kali dengan air, kemudian cuci kembali dengan asam asetat 4 %.

e. Kulit terkena zat kimia beracun (fenol, kresol, sianida, arsen nitriklorida, nitroso anilin, dan lain-lain)

- Jika pakaian, sepatu, maupun kaus kaki terkena zat kimia beracun, maka segera buka dahulu hal yang terkena. Selanjutnya kulit yang terkena zat kimia beracun dicuci berulang kali dengan air.
- Yang bersangkutan dibaringkan, ditutup dengan selimut. Segera hubungi dokter.

f. Terminum zat beracun

- Jika terjadi muntah, segera berikan air hangat guna mencairkan racun yang masih berada dalam perut.
- Jika tidak terjadi muntah, segera berikan segelas air hangat yang ditambah 1 sendok NaCl atau larutan sabun 1 % untuk memancing terjadinya muntah. Selanjutnya yang bersangkutan dibaringkan.
- Jika pernafasan terhenti, segera lakukan *artificial respiration*, lalu hubungi dokter.

g. Terhirup gas beracun (Cl₂, Br₂, SO₃, NH₃, H₂S, dan lain-lain)

Pindahkan yang bersangkutan dari ruangan yang beracun. Jika pernafasan terhenti, segera lakukan *artificial respiration*, lalu hubungi dokter/bawa ke Pusat Medis Trisakti (PMT)

h. Luka terkena brom

Luka dicuci bersih, lalu berikan *salf levertran*.

i. Kebocoran pipa gas atau bunsen

Segera matikan aliran pipa gas dari pipa induk. Bila apinya merembet ke bagian lain, semprot dengan *fire extinguisher*.

PENGENALAN ALAT LABORATORIUM

1. Pipet Tetes

Pipet tetes memiliki fungsi untuk meneteskan air berukuran paling kecil ke dalam labu ukur/erlenmeyer/pipet gondok dan lain sebagainya. Umumnya 20 x tetes pipet ini dianggap sebanyak 1mL



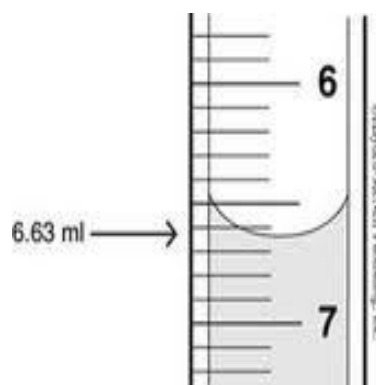
Gambar 1. Pipet Tetes

2. Pipet Ukur

Pipet ukur merupakan alat untuk memindahkan larutan dengan volume yang diketahui. Tersedia berbagai macam ukuran, diantaranya pipet berukuran 1 mL, 5 mL, 10 mL, dan 25 mL. Cara penggunaannya adalah cairan disedot dengan pipet ukur dengan bantuan bulp sampai dengan volume yang diinginkan. Volume yang dipindahkan dikeluarkan mengikuti skala yang tersedia (dilihat bahwa skala harus tepat sejajar dengan miniskus cairan) dengan cara menyamakan tekanan bulp dengan udara sekitar.



a

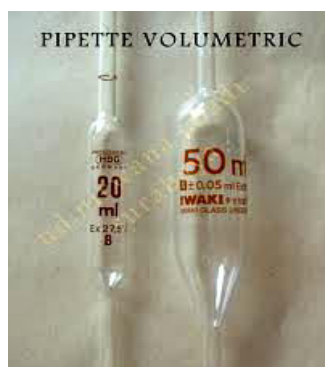


b

Gambar 2. a) Pipet Ukur b) Cara membaca skala pipet

3. Pipet Volumetri

Pipet volumetri memiliki fungsi yang sama dengan pipet ukur, hanya saja bila memakai pipet ini harus dikeluarkan semua cairan sesuai volume pipet yang digunakan. Biasanya yang sering digunakan adalah pipet berukuran 25 mL, dan 50 mL. Cara penggunaannya adalah cairan disedot dengan pipet ukur dengan bantuan bulp sampai dengan batas tera.



Gambar 3. Pipet Volumetri

4. Pipette Filler (BULP)

Bulp adalah alat yang dipasang pada pangkal pipet ukur dan berfungsi untuk membantu proses pengambilan cairan masuk ke dalam pipet. Karet sebagai bahan Bulp merupakan karet yang resisten bahan kimia. Bulp memiliki 3 saluran yang masing-masing saluran memiliki katup. Katup yang bersimbol A (Aspirate) berguna untuk mengeluarkan udara dari gelembung. Katup B pada gambar bersimbol S (suction) merupakan katup yang jika ditekan akan menyebabkan cairan tersedot ke dalam pipet. Terakhir katup C pada gambar bersimbol E (Empty) berfungsi untuk mengeluarkan cairan dari pipet.



Gambar 4. Bulp

5. Labu Erlenmeyer

Labu Erlenmeyer berupa gelas yang diameternya semakin ke atas semakin kecil dengan skala sepanjang dindingnya, digunakan untuk menyimpan dan memanaskan larutan, menampung filtrat hasil penyaringan, dan sebagai penampung titran (larutan yang dititrasi) pada proses titrasi. Ukurannya mulai dari 20 mL sampai 2000 mL, skala yang tercantum pada dindingnya tidak teliti sama sekali dan merupakan petunjuk kasar saja



Gambar 5. Labu Erlenmeyer

6. Erlenmeyer Asah

Erlenmeyer asah digunakan untuk memanaskan larutan yang menggunakan metode refluks, sebelum mulai pemanasan antara asah Erlenmeyer dengan asah kondensor harus diolesi vaselin agar tidak vakum.



Gambar 6. Erlenmeyer Asah

7. Gelas Piala (*Beaker Glass*)

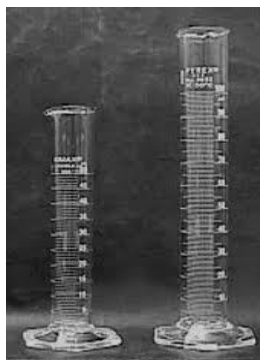
Gelas piala berupa gelas tinggi, berdiameter besar dengan skala sepanjang dindingnya. Terbuat dari kaca borosilikat yang tahan terhadap panas hingga 200°C. Berfungsi untuk menampung bahan kimia, memanaskan cairan, beaker tinggi bias digunakan untuk titrasi dan pengukuran pH dengan dikocok oleh pengaduk magnetis.



Gambar 7. Gelas Piala

8. Gelas Ukur

Gelas ukur adalah gelas tinggi dengan skala di sepanjang dindingnya, digunakan untuk mengukur volume larutan yang tidak memerlukan tingkat ketelitian yang tinggi dalam jumlah tertentu. Ukurannya dari 10 mL sampai 2000 mL.



Gambar 8. Gelas Ukur

9. Labu Ukur

Labu ukur adalah labu dengan leher yang panjang dan bertutup, terbuat dari kaca dan tidak boleh terkena panas karena dapat memuai, berfungsi untuk membuat larutan dengan konsentrasi tertentu atau pengenceran larutan dengan kadar yang tepat. Ukurannya mulai dari 10 mL sampai 2000 mL.



Gambar 9. Labu Ukur

10. Corong

Corong digunakan untuk menuangkan larutan ke dalam labu ukur, mengisi larutan ke dalam buret agar tidak berceceran.



Gambar 10. Corong

11. Botol Semprot

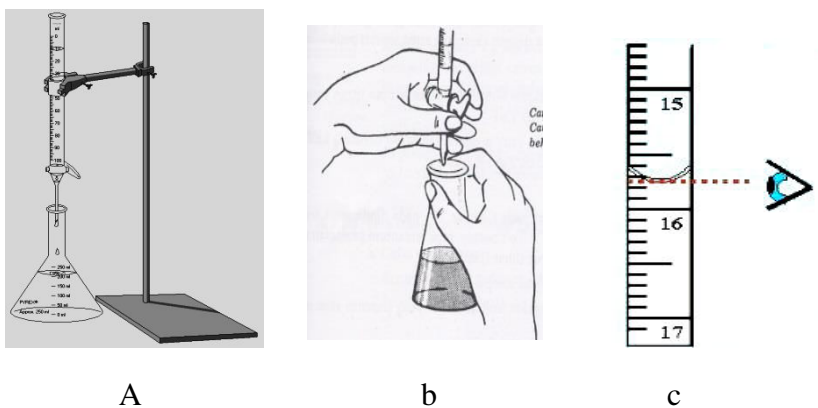
Botol semprot adalah botol yang terbuat dari plastik yang berfungsi untuk menyimpan air suling (distilled water) yang digunakan untuk membilas peralatan gelas seperti labu takar, pipet dan lain-lain



Gambar 11. Botol Semprot

12. Buret

Buret adalah berupa tabung kaca yang bergaris dan mempunyai kran di ujungnya, berfungsi untuk mengeluarkan larutan dengan volume tertentu dengan debit berupa tetes sampai aliran, biasanya digunakan untuk titrasi. Cara memegang cerat buret adalah dengan tangan kiri, ibu jari sebagai pengatur tutup buka cerat, tangan kanan memegang labu Erlenmeyer. Sementara cara membaca buret harus sejajar mata, yang dilihat adalah miniskus bawah.



Gambar 12. a) Pemasangan Buret pada statif b) Cara memegang buret
c) Cara membaca buret

13. Kondensor Liebig

Kondensor liebig digunakan untuk merefluks salah satunya COD, berfungsi untuk mendinginkan uap panas larutan agar menjadi cair lagi, sehingga jumlah larutan tidak berubah.



Gambar 13. Kondensor Liebig

14. *Hot Plate with stirrer*

Hotplate ini berfungsi sebagai alat pemanas contohnya pada proses refluks, dekstruksi, destilasi, atau mendidihkan sampel selain itu bisa untuk menghomogenkan sampel dengan memakai stirrernya. Hotplate juga bisa disambungkan dengan statif buret pada saat titrasi agar pengadukan sampel bisa menggunakan stirrer.



Gambar 14. *Hot Plate*

15. Inkubator BOD

Inkubator BOD adalah inkubator yang khusus digunakan untuk analisa BOD. Suhu yang di gunakan adalah 20° C dengan penyimpangan $\pm 1^\circ$ C



Gambar 15. Inkubator BOD

17. Botol BOD / *Winkler*

Botol BOD adalah botol yang mempunyai tutup pasangannya, terbuat dari kaca borosilikat, tutup terbuat dari kaca yang dindingnya tergosok sehingga dapat menutup dengan baik, berfungsi untuk analisa BOD dan oksigen terlarut, volume botol berkisar 250 sampai 300 mL.



Gambar 16. Botol BOD

18. Turbidimeter

Turbidimeter adalah alat yang digunakan untuk mengukur kekeruhan



Gambar 17. Turbidimeter

19. Batang Pengaduk dan Spatula

Batang pengaduk terbuat dari kaca tahan panas, digunakan untuk mengaduk cairan di dalam gelas kimia. Sementara spatula adalah sendok panjang dengan ujung atasnya datar, terbuat dari *stainless steel* atau alumunium.



a



b

Gambar 18. a) Batang Pengaduk b) Spatula

20. Klem

Klem universal terbuat dari besi atau alumunium yang berfungsi untuk memegang peralatan gelas yang dipakai pada proses destilasi. Bagian belakangnya dihubungkan dengan statif menggunakan klem *bosshead*. Sementara klem bosshead terbuat dari besi atau alumunium yang berfungsi untuk menghubungkan statif dengan klem universal. Lain halnya dengan klem buret; klem buret terbuat dari besi atau baja untuk memegang buret yang digunakan untuk titrasi, ada yang single dan double.



a



b



c

Gambar 20. a) Klem Universal b) Klem Bosshead c) Klem Buret

DAFTAR ISI

| | |
|---------------------------------------------|------|
| JADWAL KEGIATAN PRAKTIKUM 2023-2024 | i |
| PENUNTUN DAN TATA TERTIB LABORATORIUM | ii |
| PETUNJUK UMUM | iv |
| PENGENALAN ALAT LABORATORIUM | viii |
| DAFTAR ISI | xv |

BAB I. PENGAMBILAN SAMPEL

| | |
|--------------------------------------------------------|----|
| 1.1 Pendahuluan | 1 |
| 1.2 Pengambilan Sampel dan Pengawetannya | 1 |
| 1.3 Pemilihan Titik Sampel | 4 |
| 1.4 Frekuensi Pengambilan Sampel..... | 6 |
| 1.5 Perubahan Pencemaran Terhadap Waktu | 7 |
| 1.6 Frekuensi Pengambilan Sampel dan Jenis Sampel..... | 9 |
| 1.7 Analisa yang diperlukan pada Sampel..... | 9 |
| 1.8 Pengecekan Hasil Analisa | 11 |

BAB II. ANALISA PENDAHULUAN (FISIKA-KIMIA)

| | |
|-------------------------------|----|
| 2.1 Kekeruhan Air | 14 |
| 2.1.1 Prinsip Penetapan | 14 |
| 2.1.2 Peralatan | 15 |
| 2.1.3 Cara Kerja..... | 15 |
| 2.2 Padatan | 16 |
| 2.2.1 Penentuan TDS | 16 |
| 2.2.2 Total Padatan | 18 |
| 2.2.3 Penentuan TSS..... | 19 |
| 2.3 Daya Hantar Listrik | 20 |
| 2.3.1 Prinsip Penetapan | 20 |
| 2.3.2 Cara Kerja..... | 21 |
| 2.4 Penentuan Warna..... | 21 |
| 2.4.1 Prinsip Penetapan | 22 |
| 2.4.2 Peralatan | 22 |
| 2.4.3 Cara Kerja..... | 23 |

BAB III ASIDITAS, ALKALINITAS, DAN CO₂

| | |
|-------------------------------------------------|----|
| 3.1 Penetapan Asiditas..... | 25 |
| 3.1.1 Prinsip Penetapan | 26 |
| 3.1.2 Pereaksi..... | 26 |
| 3.1.3 Cara Kerja..... | 27 |
| 3.1.4 Perhitungan | 27 |
| 3.2 Penetapan Alkalinitas | 28 |
| 3.2.1 Prinsip Penetapan | 28 |
| 3.2.2 Hubungan Antara Ion dan Alkalinitas | 29 |

| | |
|-------------------------------------------|----|
| 3.2.3 Pereaksi..... | 29 |
| 3.2.4 Cara Kerja..... | 29 |
| 3.2.5 Perhitungan..... | 30 |
| 3.3 Penetapan CO ₂ Bebas | 31 |
| 3.3.1 Prinsip Penetapan | 31 |
| 3.3.2 Peralatan | 31 |
| 3.3.3 Pereaksi..... | 31 |
| 3.3.4 Cara Kerja..... | 32 |
| 3.3.5 Perhitungan..... | 32 |

BAB IV. KESADAHAN DAN KLORIDA

| | |
|-------------------------------|----|
| 4.1 Penentuan Kesadahan | 33 |
| 4.1.1 Pembahasan Umum | 33 |
| 4.1.2 Prinsip Penetapan | 34 |
| 4.1.3 Peralatan | 35 |
| 4.1.4 Pereaksi..... | 35 |
| 4.1.5 Cara Kerja..... | 37 |
| 4.1.6 Perhitungan..... | 39 |
| 4.2 Penetapan Klorida..... | 39 |
| 4.2.1 Pembahasan Umum | 39 |
| 4.2.2 Prinsip Penetapan | 40 |
| 4.2.3 Peralatan | 40 |
| 4.2.4 Pereaksi..... | 40 |
| 4.2.5 Cara Kerja..... | 41 |
| 4.2.6 Perhitungan..... | 42 |
| 4.3 Penetapan Sisa | 43 |
| 4.3.1 Prinsip Penetapan | 43 |
| 4.3.2 Pereaksi..... | 43 |
| 4.3.3 Cara Kerja..... | 44 |
| 4.3.4 Perhitungan..... | 45 |

BAB V. PENETAPAN SENYAWA NITROGEN

| | |
|-------------------------------|----|
| 5.1 Pendahuluan | 47 |
| 5.2 Penetapan Amonium | 47 |
| 5.2.1 Metode Penetapan..... | 47 |
| 5.2.2 Prinsip Penetapan | 47 |
| 5.2.3 Pereaksi..... | 48 |
| 5.2.4 Cara Kerja | 48 |
| 5.3 Penetapan Nitrit | 51 |
| 5.3.1 Metode Penetapan..... | 51 |
| 5.3.2 Prinsip Penetapan | 52 |
| 5.3.3 Pereaksi..... | 52 |
| 5.3.4 Cara Kerja | 52 |
| 5.4 Penetapan Nitrat | 54 |

| | |
|-------------------------------|----|
| 5.4.1 Metode Penetapan..... | 54 |
| 5.4.2 Prinsip Penetapan | 54 |
| 5.4.3 Pereaksi..... | 54 |
| 5.4.4 Cara Kerja | 55 |
| 5.5 Penetapan N-Total | 55 |
| 5.5.1 Metode Penetapan..... | 56 |
| 5.5.2 Pereaksi..... | 57 |
| 5.5.3 Cara Kerja | 57 |
| 5.5.4 Perhitungan..... | 58 |

BAB VI. SULFAT DAN FOSFAT

| | |
|-------------------------------------|----|
| 6.1 Penetapan Sulfat..... | 59 |
| 6.1.1 Prinsip Penetapan | 59 |
| 6.1.2 Pereaksi..... | 59 |
| 6.1.3 Cara Kerja..... | 60 |
| 6.1.4 Perhitungan | 61 |
| 6.2 Penetapan Fosfat..... | 61 |
| 6.2.1 Pendahuluan | 61 |
| 6.2.2 Penetapan Ortofosfat | 61 |
| a. Metode Penetapan..... | 61 |
| b. Prinsip Penetapan | 62 |
| c. Pereaksi..... | 62 |
| d. Cara Kerja..... | 63 |
| 6.2.3 Penetapan Polifosfat | 64 |
| a. Metode Penetapan..... | 64 |
| b. Prinsip Penetapan | 64 |
| c. Pereaksi..... | 64 |
| d. Cara Kerja..... | 64 |
| 6.2.4 Penetapan Fosfat Organik..... | 65 |
| a. Prinsip Penetapan..... | 65 |
| b. Pereaksi..... | 65 |
| c. Cara Kerja..... | 65 |

BAB VII. BESI DAN MANGAN

| | |
|-------------------------------|----|
| 7.1 Pembahasan Umum | 67 |
| 7.2 Penetapan Besi..... | 68 |
| 7.2.1 Metode Penetapan..... | 68 |
| 7.2.2 Prinsip Penetapan | 68 |
| 7.2.3 Pereaksi..... | 68 |
| 7.2.4 Cara Kerja..... | 69 |
| 7.3 Penetapan Mangan..... | 70 |
| 7.3.1 Metode Penetapan..... | 70 |
| 7.3.2 Prinsip Penetapan | 70 |
| 7.3.3 Pereaksi..... | 71 |

| | |
|------------------------|----|
| 7.3.4 Cara Kerja..... | 71 |
| 7.3.5 Perhitungan..... | 73 |

BAB VIII. COD

| | |
|---------------------------|----|
| 8.1 Pembahasan Umum | 74 |
| 8.2 Prinsip Penutup..... | 74 |
| 8.3 Peralatan | 75 |
| 8.4 Pereaksi..... | 75 |
| 8.5 Cara Kerja..... | 76 |
| 8.6 Perhitungan | 77 |

BAB IX. DO DAN BOD

| | |
|-------------------------------|----|
| 9.1 Penetapan DO | 78 |
| 9.1.1 Pembahasan Umum | 78 |
| 9.1.2 Prinsip Penetapan | 78 |
| 9.1.3 Peralatan | 78 |
| 9.1.4 Pereaksi..... | 79 |
| 9.1.5 Cara Kerja..... | 79 |
| 9.2 Penetapan BOD | 80 |
| 9.2.1 Pembahasan Umum | 80 |
| 9.2.2 Prinsip Penetapan | 81 |
| 9.2.3 Peralatan | 81 |
| 9.2.4 Pereaksi..... | 81 |
| 9.2.5 Cara Kerja..... | 82 |
| 9.2.6 Perhitungan..... | 85 |

BAB X. Bilangan Permanganat (KMnO₄)

| | |
|------------------------------|----|
| 10.1 Pembahasan Umum | 86 |
| 10.2 Prinsip Penetapan | 86 |
| 10.3 Pereaksi..... | 87 |
| 10.4 Cara Kerja..... | 88 |
| 10.5 Perhitungan..... | 89 |

BAB XI. ISOTERM ADSORPSI

| | |
|----------------------------|----|
| 11.1 Pembahasan Umum | 90 |
| 11.2 Alat dan Bahan | 93 |
| 11.3 Cara Kerja..... | 93 |

BAB XII. JARTEST

| | |
|----------------------------|----|
| 12.1 Pembahasan Umum | 95 |
| 12.2 Peralatan | 96 |
| 12.3 Pereaksi..... | 96 |
| 12.4 Cara Kerja..... | 96 |

BAB XIII MINYAK DAN LEMAK

| | |
|----------------------------|----|
| 13.1 Pembahasan Umum | 98 |
| 13.2 Peralatan | 99 |
| 13.3 Perekasi..... | 99 |
| 13.4 Cara Kerja..... | 99 |
| 13.5 Perhitungan..... | 99 |

BAB XIV DETERGEN SEBAGAI MBAS

| | |
|------------------------------|-----|
| 14.1 Pembahasan Umum | 100 |
| 14.2 Prinsip Penetapan | 100 |
| 14.3 Peralatan | 100 |
| 14.4 Perekasi..... | 100 |
| 14.5 Cara Kerja..... | 101 |
| 14.6 Perhitungan..... | 102 |

| | |
|-----------------------------|------------|
| DAFTAR PUSTAKA | 105 |
|-----------------------------|------------|

BAB I

PENGAMBILAN SAMPEL

1.1 PENDAHULUAN

Pengambilan sampel merupakan kegiatan mengumpulkan volume suatu air yang akan diteliti, dengan jumlah sekecil mungkin tetapi masih mewakili (*representatif*), yaitu masih menggambarkan sifat-sifat keseluruhan air tersebut.

Dalam penelitian pengambilan sampel air di suatu lingkungan, maka terdapat 3 tahapan yang harus diperhatikan:

- (1) pengambilan sampel yang representatif.
- (2) pengangkutan serta pengawetan sampel.
- (3) analisa kimia sampel.

Hasil analisa di laboratorium digunakan untuk menghitung dua parameter yang memberikan penilaian terhadap keadaan suatu lingkungan air yang sedang diteliti, yaitu :

- **Konsentrasi** sesuatu unsur air (dinyatakan dalam mg/L atau mmol/L atau g/m³). Konsentrasi perlu diketahui karena memberi informasi mengenai efek -efek terhadap flora dan fauna di dalam badan air tersebut.
- **Beban pencemar**, untuk mengetahui hal ini diperlukan data-data mengenai debit, karena beban pencemar adalah konsentrasi X debit, dan dinyatakan sebagai kg/detik, ton/jam, mol/jam dan sebagainya. Beban pencemar merupakan informasi utama bagi perencanaan operasi satuan (*unit operation*) pada instalasi pengolahan air minum, air buangan dan sebagainya. Sebagai contoh, beban BOD yang masuk sistem lumpur aktif digunakan untuk menentukan jumlah O₂ yang harus disediakan oleh aerator.

1.2 PENGAMBILAN SAMPEL DAN PENGAWETANNYA

Pada pengambilan sampel, sampel air dimasukkan dalam botol atau *dirigen* sampai penuh dan tutup dengan baik untuk menghindari kontak dengan udara. Pastikan wadah sampel tersebut tidak terbuat dari bahan-bahan yang umumnya adalah suasana dingin misalnya sampel diangkut dengan kotak isothermis yang mengandung es biasa atau es kering (CO₂) lalu disimpan di lemari pendingin atau *freezer*.

Gangguan-gangguan yang dapat timbul selama penyimpanan dan pengangkutan sampel sehingga dapat merubah sifat dari keadaan asli sampel, adalah sebagai berikut:

- Gas seperti O₂ dan CO₂ dapat diserap air sampel atau dapat lenyap dari air sampel ke udara;
- Zat tersuspensi dan koloidal dapat membentuk flok-flok sendiri dan mengendap hingga terdapat sampel yang berbeda dengan keadaan asli. Untuk itu lumpur tersebut harus dijadikan tersuspensi lagi secara merata, dengan mengocokkan botol simpanan sedangkan zat dan cairan yang ringan (lumpur lemak, minyak dll) dapat mengapung pada permukaan sampel.

- Beberapa zat terlarut dapat bereaksi, misalnya Ca^{2+} dan CO_3^{2-} dapat membentuk CaCO_3 yang mengendap. Hal tersebut terjadi bila nilai pH berubah, misalnya karena kadar CO_2 tidak tetap sama, atau karena pertumbuhan ganggang;
- Lumut, ganggang dan jamur dapat tumbuh dalam sampel yang tidak disimpan pada tempat gelap dan dingin atau bila pHnya rendah. Zat organik seperti BOD dan COD akan terus dicerna oleh bakteri yang aktif;
- Populasi bakteri dapat berubah secara menyeluruh dalam waktu beberapa jam saja hingga merupakan gangguan bagi analisa mikrobiologi.

Cara pengawetan sampel tergantung dari analisa yang akan dilakukan. Cara pengawetan untuk beberapa analisa seperti tertera pada Tabel 1 berikut:

Tabel 1.1. Cara pengawetan sampel

| Analisa | Volum sampel (ml) | Cara pengawetan ¹ | Waktu pengawetan maksimum anjuran/batasan |
|----------------------------------------------------------------|-------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|
| Alkalinitas | 200 | Didinginkan | 1/14 hari |
| BOD | 1000 | Didinginkan | 5 jam / 14 hari |
| CO_2 | 10 | Dianalisa segera | 0 |
| COD | 100 | Ditambah H_2SO_4 sampai pH < 2 | 7/28 hari |
| Daya Hantar Listrik | 500 | Didinginkan | 28 hari |
| Fosfat $\text{PO}_4^{3- 2)}$ | 100 | Penyaringan : segera lalu dibekukan pada -10°C | 2 hari |
| Kekeruhan | - | Disimpan di tempat gelap | 1/2 hari |
| Kesadahan Ca^{2+} , Ca^{2+} Mg^{2+} | 100 | Ditambah HNO_3 sampai pH < 2 | 6 bulan |
| Klor Cl_2 | 500 | Dianalisa segera | 0,5/2 jam |
| Logam ³⁾ | - | Penyaringan segera ditambah HNO_3 sampai pH < 2 | 6 bulan |
| Nitrogen-amoniak NH_3 | 500 | Dianalisa segera atau ditambah H_2SO_4 sampai pH < 2 dan didinginkan | 7/28 hari |

| Analisa | Volum sampel (ml) | Cara pengawetan ¹ | Waktu pengawetan maksimum anjuran/batasan |
|-------------------------------------|-------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|
| Nitrat NO ₃ ⁻ | 100 | Ditambah H ₂ SO ₄ sampai pH < 2 dan didinginkan | 2 hari |
| Nitrat + nitrit | 200 | Dianalisa segera atau dibekukan -20°C | 0/28 hari |
| Nitrit NO ₂ ⁻ | 100 | Dianalisa segera atau Dibekukan -20°C | 0/28 hari |
| Nitrogen Kjeldahl | 500 | Didinginkan atau ditambah H ₂ SO ₄ sampai pH < 2 | 0,5/1 jam |
| Oksigen O ₂ | 300 | <ul style="list-style-type: none"> • Cara elektroda khusus Dianalisa segera • Cara titrasi Winkler : Dianalisa segera ditambah H₂SO₄ atau sampai pH < 2 | 0,5/1 jam 8 jam |
| pH | 100 | Dianalisa segera | 2 jam |
| Suhu | - | Dianalisa segera | - |
| Warna | 500 | Didinginkan | 2 hari |
| Zat tersuspensi | 200 | Didinginkan | 7/14 hari |

Catatan

1. Dinginkan berarti suhu sekitar 4°C
2. Botol (terbuat dari gelas) harus dibilas dahulu dengan asam 1 + 1 HNO₃
3. Botol (terbuat dari gelas atau plastik polietilen) harus dibilas dengan asam 1 + 1 HNO₃
4. Botol BOD atau Winkler terbuat dari kaca

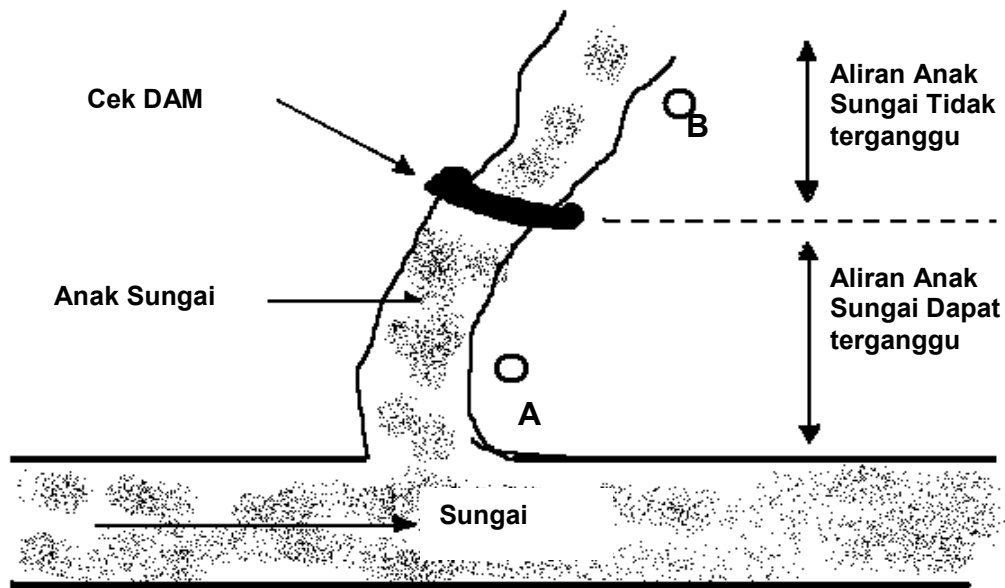
1.3 PEMILIHAN TITIK SAMPEL

Kecepatan aliran dalam sungai, saluran dan sebagainya umumnya tidak merata sedangkan di dalam danau atau kolam, sifat-sifat airpun tidak homogen tetapi berada dalam lapisan-lapisan dengan sifat yang berbeda. Maka untuk mengambil data mengenai badan air tersebut secara keseluruhan, titik pengambilan harus dipilih hingga dianggap dapat mewakili seluruh badan air.

Beberapa contoh pengambilan sampel pada badan air seperti di bawah ini :

1. Bila sampel diambil dari saluran, sungai dan sebagainya yang kedalamannya tidak lebih dari 5 meter dan alirannya cukup turbulen bagi air tersebut untuk menjadi homogen, sampel sebaiknya diambil pada kira-kira 1/2 sampai 2/3 tinggi penampangbasah dari permukaan air. Bila pengambilan sampel dilakukan dekat dengan permukaan air, ada resiko bahwa lapisan tersebut mengandung banyak zat ringan seperti lumut, minyak, lemak dan sebagainya, sedangkan bila terlalu dekat ke dasar, air mengandung terlalu banyak zat tersuspensi yang mengendap atau dapat tergerus oleh aliran air. Sampel juga tidak boleh diambil terlalu dekat dengan tepi saluran yang tidak diplester dengan baik karena air di daerah tersebut kurang mewakili seluruh badan air, namun untuk saluran yang diplester dengan baik sampel dapat diambil ± 10 cm dari tepi saluran.
2. Bila sampel diambil dari saluran atau sungai yang terdiri dari aliran-aliran yang terpisah, misalnya pada musim kering, sampel harus diambil dari aliran bagian yang paling besar dan yang dapat dianggap bersifat sama dengan keadaan air sungai tersebut. Bila penampang sungai tidak teratur (irregular) sampel harus diambil (bila mungkin) di tengah aliran utama, yaitu dimana tinggi penampang basah terbesar dan aliran tidak terganggu. Pengambilan sampel bisa dilakukan dari jembatan, perahu, ponton dan sebagainya.
3. Bila sampel diambil dari saluran atau anak sungai yang bermuara di dalam sungai maupun laut, harus diingat bahwa tinggi permukaan sungai atau laut tersebut dapat berubah pada waktu hujan atau air pasang. Pada saat itu, air sungai atau air laut dapat masuk ke dalam anak-anak sungai sehingga sifat air di anak-anak sungai tersebut dipengaruhi oleh sungai induk atau air laut dan terjadi pencampuran. Untuk menghindari hal tersebut, titik pengambilan sampel harus dipilih cukup jauh dari muara, dimana aliran saluran atau anak sungai tidak terganggu. Hal yang sama dilakukan untuk penentuan debit aliran pada anak sungai. Contoh titik pengambilan sampel, seperti pada Gambar 1. Bila antara tempat pengambilan sampel yang "aman" dan muara, yaitu tempat yang terganggu alirannya, juga merupakan tempat pembuangan air tercemar yang harus diselidiki pula, maka cara pengambilan sampel yang khusus harus dipikirkan atau sampel dapat diambil dari daerah yang terganggu tersebut namun jumlah sampel harus diperbanyak dan pengukuran debit harus cukup teliti agar interpretasi keadaan dapat didukung oleh data-data yang cukup lengkap dan tepat.
4. Bila sampel diambil dari sumber pencemar setempat (*point source*) dan sumber pencemar yang tersebar (*disperse source*), maka titik pengambilan sampel dipilih agar sampel benar-benar dapat mewakili badan air tersebut, mengukur debit secara teliti dan data daerah drainase yang menyebabkan pencemaran harus diketahui secara lengkap. Termasuk sumber pencemar setempat adalah pabrik, rumah sakit, pemukiman yang seluruh air buangnya ditampung oleh satu saluran drainase atau anak sungai. Termasuk sumber pencemar yang tersebar adalah saluran-saluran dan anak sungai yang mengandung air buangan penduduk dan bermuara di dalam induk sungai di berbagai tempat sepanjang induk sungai

tersebut, atau air irigasi yang keluar dari sawah-sawah dan dibuang ke dalam induk sungai di tempat-tempat yang berbeda. Contoh pemilihan titik pengambilan sampel seperti pada Gambar 1.



Gambar 1.1 Contoh titik pengambilan sampel

5. Bila air sampel diambil dari air leding (air bersih), maka untuk memilih titik pengambilan sampel perlu diperhatikan waktu detensi air tersebut dalam sistem distribusinya. Sebelum sampel diambil harus ditentukan dahulu apakah :
 - air yang baru diolah (waktu detensi nol) guna menyelidiki efektivitas sistem pengolahan air minum maka sampel harus diambil pada *clear well* instalasi pengolahan air minum, atau
 - air dengan waktu detensi sedang dalam sistem perpipaan guna menentukan kadar klor yang masih ada maka sampel harus berasal dari kran atau kran umum yang sering dipakai dan tidak terlalu jauh dari instalasi pengolahan air minum, atau
 - air pipa titik terjauh dalam suatu sistem distribusi air minum dan dengan waktu detensi yng paling lama, guna menentukan kadar klor aktif atau daya pelarutan air leding terhadap pipa maka pemilihan titik pengambilan sampel memerlukan informasi yang lengkap mengenai sistem distribusi tersebut.

1.4 FREKUENSI PENGAMBILAN SAMPEL

Frekuensi pengambilan sampel tergantung dari faktor-faktor :

1. Perubahan-perubahan beban pencemaran dan puncak yang tidak bisa diabaikan, khususnya pada parameter air yang akan diteliti, perlu taksiran teoritis dahulu, misalnya karena adanya industri, kota, perubahan debit sungai dan sebagainya.

2. Maksud dan tujuan analisis misalnya anak sungai yang digunakan sebagai air baku untuk produksi air minum, serta produksi air minum sendiri harus diawasi kualitasnya dengan teliti karena pentingnya kesehatan masyarakat, walaupun perubahan mutu air baku yang terjadi biasanya dapat diabaikan.
3. Peralatan dan dana yang tersedia. Sebenarnya pengambilan sampel bisa cukup murah, tetapi biaya pengangkutan dan analisa dapat membatasi jumlah sampel dan jumlah parameter yang diperiksa pada setiap sampel.

1.5 PERUBAHAN PENCEMARAN TERHADAP WAKTU

Faktor utama yang menetapkan frekuensi pengambilan sampel air adalah sifat-sifat badan air yang akan diteliti. Sifat air dari sumur dalam pasti tidak dari air sumur tersebut yang akan berubah dengan musim (kemarau atau hujan) dan tidak memerlukan pemeriksaan kualitas air yang sering, sedangkan pada air limbah industri dapat terjadi perubahan yang besar baik pada debit maupun konsentrasi dari hampir semua komponen air dalam waktu yang singkat (beberapa menit sampai jam).

Sumber-sumber pencemar dengan karakteristik yang tertentu adalah air buangan penduduk, air limbah industri, air buangan pertanian dan air alam. Pencemaran adalah perubahan keadaan yang dapat membahayakan manfaat dari badan air tersebut. Pada umumnya, pencemaran oleh salah satu sumber pencemar secara merata tetap ada (tidak pernah nol) namun masih dapat diterima karena masih di bawah konsentrasi standar bahaya. Di atas "pencemaran dasar tetap" tersebut terletak pencemaran yang besarnya berubah dengan waktu dan kadang-kadang mencapai puncak yang melampaui standar tersebut. Ada pula beberapa sumber pencemar lain yang mengadakan pencemaran dan gangguan lingkungan hidup hanya selama waktu tertentu dan kadang-kadang relatif singkat, misalnya pencemaran oleh adanya kegiatan pertanian yang menggunakan pupuk dan pestisida yang hanya dilakukan pada bulan-bulan tertentu, adanya tumpah yang tidak disengaja (*spill*) di suatu pabrik dalam waktu yang singkat. Contoh lain adalah sumber pencemar yang diakibatkan oleh perubahan sesuatu faktor dalam sungai, misalnya pada musim hujan, air hujan mengadakan penggelontoran dan akan terjadi pengenceran (konsentrasi pencemar yang ada, dapat berkurang), tetapi ada faktor lain yang berubah yaitu akibat kecepatan aliran dalam sungai atau saluran bertambah, endapan pada dasar sungai dapat tergerus dan terbawa oleh aliran sehingga kekeruhan naik secara drastis dan endapan sungai yang sudah membusuk pada dasar sungai tersebut bercampur dengan air yang segar pada lapisan atas. Dalam hal ini pencemaran yang akan terjadi, tergantung dari mampu tidaknya efek penggelontoran air pengimbangi efek bertambahnya kekeruhan dan endapan organik yang tergerus tadi

Garis besar perubahan pencemaran dengan waktu dijelaskan pada Tabel 2. Dianggap bahwa perubahan yang cukup penting dapat terjadi dalam waktu menit, jam, harian, mingguan dan bulanan.

Tabel 1.2. Perubahan-perubahan jenis pencemaran dengan waktu

| Badan air | Perubahan menitan | Perubahan jaman | Perubahan harian | Perubahan mingguan | Perubahan bulanan |
|----------------------|----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|--------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|
| Air minum | - | Tekanan/debit dalam sistem distribusi | Hari kerja/akhir minggu | - | Musim kering/ musim hujan/waktu pariwisata |
| Air buangan penduduk | - | pagi/siang/sore/malam Pagi/siang/sore/malam | Hari kerja/hari libur | - | Pengenceran pada musim hujan, waktu pariwisata industri hasil pertanian dsb Waktu panen |
| Air buangan industri | Pengosongan & pencucian tangki, kecelakaan dalam pabrik, jam kerja/jam istirahat | | Hari kerja/hari libur | - | |
| Pertanian | - | Buangan dari peng-olahan hasil panen, jam kerja/jam istirahat | Proses biologis | - | Musim kering |
| Alam | - | Pengenceran oleh hujan, perubahan pH, CO ₂ dsb karena ganggang perubah oksigen terlarut | | - | Musim hujan Sumur pada musim kering bisa payau, oksigen |

1.6 FREKUENSI PENGAMBILAN SAMPEL DAN JENIS SAMPEL

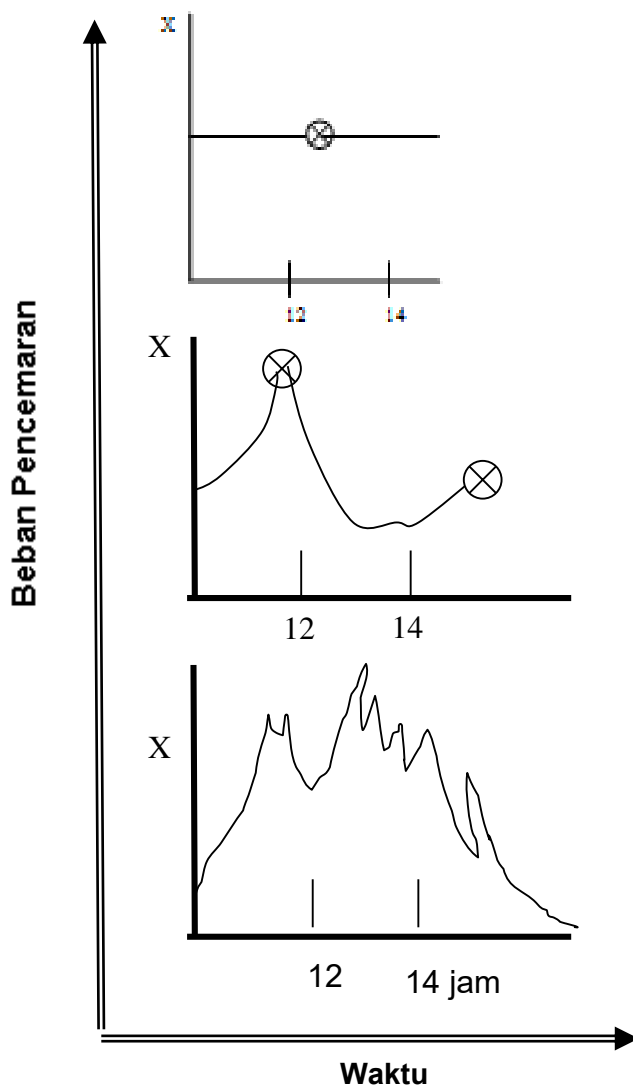
Masalah pemilihan frekuensi pengambilan sampel diperlihatkan pada Gambar 3. Dalam kasus ketiga sebenarnya sebanyak mungkin sampel diperlukan namun hal tersebut kadang-kadang tidak mungkin dilaksanakan, sehingga perlu diadakan beberapa jenis sampel untuk mengatasi kesulitan di atas, seperti :

1. Sampel sesaat (*grab sample*), merupakan volum yang diambil langsung dari badan air yang sedang diteliti;
2. Sampel sesaat tersusun (*integrated sample*), perlu bila badan air pada titik pengambilan sampel terdiri dari n aliran bagian, maka sampel tersusun yang dimaksud untuk mewakili seluruh badan air akan terdiri dari n sampel bagian (1 sampel sesaat dari tiap aliran bagian) dengan volum tiap sampel sebanding dengan debit masing-masing aliran bagian;
3. Sampel campuran (*composit sample*), dimaksudkan untuk mewakili secara merata perubahan parameter badan air yang sedang diteliti selama masa yang cukup panjang, secara mendetail dengan pekerjaan yang terbatas. Sampel campuran meliputi x menit dan terdiri dari y sampel bagian yang diambil setiap x/y menit dan dengan volum tiap sampel bagian sesuai dengan volum air yang mengalir melalui tempat pengambilan sampel tersebut.

1.7 ANALISA YANG DIPERLUKAN PADA SAMPEL

Analisa yang dilakukan ada sampel tergantung pada :

1. Jenis badan air yang sedang diperiksa, kegunaan badan air tersebut (bagi masyarakat setempat untuk perikanan, penyediaan air minum, dan sebagainya) dan jenis pencemaran yang diduga dapat terjadi. Untuk itu diperlukan pengetahuan pendahuluan yang baik tentang kota dan industri sekitarnya serta perincian-perincian proses yang dipakai di masing-masing industri.
2. Faktor lain yang penting juga adalah pengetahuan atau pengukuran secara berturut-turut debitnya supaya beban pencemaran dapat dihitung. Beberapa jenis pencemaran atau unsur air adalah konservatif, artinya tidak hilang dari larutan air selama perjalanan dalam sungai seperti Cl^- , SO_4^{2-} dan berbagai jenis logam. Jenis unsur air lain tidak bersifat konservatif hingga kadarnya berubah selama perjalanan, seperti oksigen terlarut (absorpsi - desorpsi), Ca^{2+} (dapat mengendap sebagai CaCO_3 atau larut dalam dasar sungai), $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$, $\text{Mn}^{2+}/\text{Mn}^{4+}$, alkalinitas, BOD (turun karena kegiatan biologis dalam sungai), zat tersuspensi (mengendap atau tergerus), dan sebagainya.
3. Faktor terakhir yang menentukan analisa parameter adalah maksud penelitian tersebut seperti dicari efek keracunan, analisa air yang lengkap atau data untuk perencanaan.
4. Akhirnya, hasil analisa dapat diinterpretasikan. Bila jumlah data analisa besar, dapat digunakan bantuan statistik. Namun hal ini tidak mutlak, yang terpenting adalah berpikir secara rasional dalam memecahkan suatu persoalan.



Tidak ada perubahan beban pencemaran dengan waktu.

Jumlah sampel dalam 1 hari cukup 1 sampel.

Terdapat perubahan pencemaran dengan waktu satu kali maksimum dan satu kali minimum.

Jumlah sampel dalam 1 hari cukup 2 sampel.

Terdapat banyak perubahan dan banyak puncak.

Jumlah sampel dalam 1 hari ?

Gambar 1.2. Pengaruh Waktu terhadap Beban Pencemaran

1.8 PENGECEKAN HASIL ANALISA

A. Aturan Umum

Aturan yang umum untuk mencegah kekeliruan-kekeliruan atau penyimpangan besar pada hasil analisa sampel, adalah:

1. Semua peraturan mengenai pengambilan serta pengawetan sampel harus diikuti dengan baik;
2. Untuk setiap analisa sampel, dibuat duplikat yang hasilnya harus mendekati sama dengan hasil pengentuan pertama (dengan penyimpangan 1 atau 2 % masih diperbolehkan). Duplikat tidak diperlukan untuk larutan referensi, karena selalu disediakan paling sedikit 4 larutan referensi dengan kadar yang berbeda, namun yang dapat saling dibandingkan sehingga kekeliruan dapat dilihat langsung (ketelitian kadar larutan referensi tergantung pada ketepatan larutan persediaan (*stock solution*));
3. Semua larutan standar dan larutan referensi harus berlaku, artinya dibuat dengan teliti, dan tidak boleh tercemar, misalnya karena sudah tua, tidak disimpan dengan baik, atau karena sebagian larutan tersebut telah diambil, lalu dituang ke dalam botol (misalnya sisa dari titrasi). Sebenarnya larutan standar, referensi dan sebagainya yang sudah dikeluarkan dari botolnya, tidak boleh dikembalikan lagi;
4. Cara kerja diikuti dengan disiplin, namun dengan sikap yang kritis.

B. Aturan Khusus

Untuk mengecek hasil dari sejumlah analisa ada beberapa petunjuk antara lain kesetimbangan, hubungan dan perbandingan antara parameter-parameter yang tertentu yang dapat dimanfaatkan untuk mencari kekeliruan analisa atau penyimpangan yang kurang memungkinkan, yaitu neraca anion-kation, hubungan Zat Padat Terlarut - Daya Hantar Listrik, perbandingan BOD-COD, perbandingan antara Kesadahan dengan Alkalinitas dan antar unsur-unsur kesadahan, data literatur dan kesetimbangan massa zat yang konservatif.

1.8.1 Neraca Anion - Kation

Di dalam larutan, selain molekul H_2O , terdapat kation dan anion hasil pemecahan/ionisasi molekul yang bermuatan listrik. Kation mempunyai satu atau lebih muatan + dan anion mempunyai muatan -. Jumlah muatan + dan muatan - harus sama, kalau tidak, larutan sendiri mempunyai muatan listrik, dan hal ini tidak mungkin karena adanya hukum kesetimbangan energi. Konsentrasi muatan listrik dapat diukur melalui konsentrasi ekuivalen-ekuivalen ion, dapat dikatakan bahwa mek/l kation dapat dianalisa maka harus dianggap bahwa jumlah tersebut dapat didekati dengan beberapa jenis ion utama saja.

Kation utama pada air alam adalah misalnya H^+ , Ca^{2+} , Fe^{2+} , Na^+ , pada air payau dan asin misalnya K^+ , dan kadang-kadang beberapa ion logam. Anion utama pada air alam misalnya OH^- , HCO_3^{2-} , SO_4^{2-} , pada air payau dan asin misalnya Cl^- , dan kadang-kadang NO_3^- dan sebagainya.

Karena pendekatan tersebut serta kekurangtelitian analisa, maka hasil-hasil masih dapat dianggap baik bila $\Sigma \text{mek/l anion} - \Sigma \text{mek/l kation} \leq 0,1065 + 0,0155 \Sigma$

mek/l anion. Bila penyimpangan yang lebih besar terjadi, maka perlu dilakukan pemeriksaan ulang analisa.

1.8.2 Hubungan Zat Padat Terlarut - Daya Hantar Listrik - Jumlah ion

Daripengalaman dihasilkan peraturan bahwa pada hampir semua badan alam berlaku Zat Padat Terlarut (ZPT) = 0,55 ... 0,7 X Daya Hantar Listrik (DHL) dimana ZPT dinyatakan sebagai mg/l sedangkan DHL adalah hasil penentuan dalam satuan $\mu\text{mhos/cm}$. Bila air mengandung banyak asam bebas alkaliniti basa, faktor tersebut dapat kurang dari 0,55 dan untuk air payau dan asin atau yang mengandung banyak zat paadat koloidal (kekeruhan), faktor tersebut bisa lebih dari 0,7.

1.8.3 Perbandingan BOD - COD

Penentuan nilai BOD dan COD adalah untuk mengetahui kandungan senyawa organis dalam suatu sampel namun melalui metode yang berbeda. Karena COD menggunakan metode oksidasi kimiawi yang lebih kuat dari pada oksidasi biologis pada analisa BOD, maka angka BOD selalu $\sim 0,65$ X angka COD. Perbandingan tersebut dapat berubah sesuai dengan jenis air.

1.8.4 Perbandingan Kesadahan - Alkaliniti

Pada umumnya air alam yang mengalir di permukaan bumi, mempunyai alkaliniti dan kesadahan yang hampir sama, juga $[\text{Mg}^{2+}] = 0,05 \dots 0,5$ $[\text{Ca}^{2+}]$ bila konsentrasi dinyatakan sebagai mg CaCO_3/l atau mek/l. Pada air tanah atau air buangan, perbedaan yang cukup besar dapat ditemui.

1.8.5 Data literatur

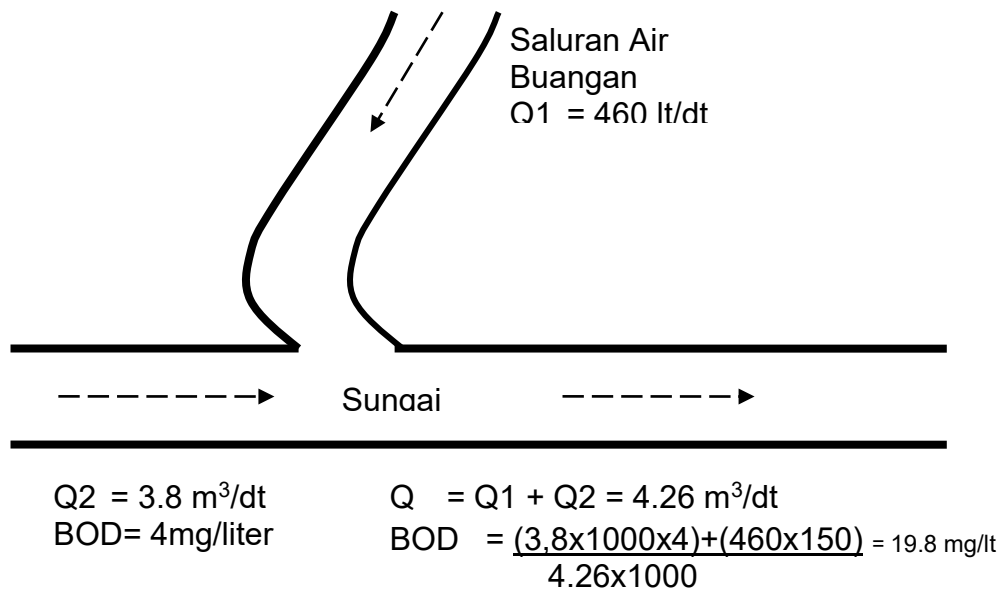
Pada umumnya hasil analisa untuk air alam dapat diperkirakan dari pengalaman studi-studi pada berbagai jenis badan air alam dan air buangan. Pengalaman khusus mengenai badan air yang sedang diteliti lebih penting karena memberi petunjuk yang lebih tepat.

1.8.6 Keseimbangan massa (*mass balance*)

Keseimbangan massa dapat diperiksa biala ada kasus, dimana 2 aliran air bergabung misalnya anak sungai atau saluran air buangan yang masuk ke dalam sungai. Kalau konsentrasi beberapa zar konservatif serta debit diketahui di tiga titik (lihat Gambar 3) yaitu (1) di anak sungai atau saluran, (2) di sungai dari arah hulu, dan (3) di sungai ke arah hilir, berlaku :

Beban zat di sungai = beban zat di sungai dari hulu + beban zat di anak sungai/saluran.

$$\text{Rumus : } C_{\text{camp.}} = \frac{Q_1 \times C_1 + Q_2 \times C_2}{Q_1 + Q_2}$$



Gambar 1.3. Keseimbangan antara debit air sungai terhadap perubahan Nilai BOD

BAB II

ANALISIS PENDAHULUAN (FISIKA - KIMIAWI): KEKERUHAN AIR, TDS, TSS, VSS, DHL, DAN WARNA

2.1 KEKERUHAN AIR (Turbiditas)

Kekeruhan air disebabkan oleh partikel-partikel tersuspensi yang mengganggu berlalunya cahaya pada air. Partikel-partikel ini dapat berupa senyawa organik maupun anorganik, dan ditemukan sebagai partikel koloid dan partikel kasar. Satuan yang dipergunakan untuk menentukan standar kekeruhan sampel air adalah berat SiO₂, dimana 1 mg/L SiO₂ sama dengan 1 unit kekeruhan. Pada prakteknya, larutan standar digunakan untuk pengukuran rutin.

2.1.1 Prinsip penetapan kekeruhan dengan Turbidimeter

Partikel-partikel tersuspensi yang menyebabkan kekeruhan pada air akan mempengaruhi transmisi cahaya yang melaluinya. Turbidimeter mengukur intensitas cahaya yang diteruskan dalam sampel air. Selisih intensitas cahaya antara cahaya yang masuk dengan cahaya yang diserap oleh partikel-partikel akan mengikuti Hukum *Lambert-Beer*. Hukum ini menjelaskan hubungan antara cahaya yang diserap dengan konsentrasi serta panjang larutan. Menurut hukum *Beer* maka intensitas monokromatis berkurang secara eksponen dengan bertambahnya konsentrasi larutan yang menyerapnya. Sedangkan hukum *Lambert* menerangkan hubungan antara penyerapan cahaya dengan kedalaman atau ketebalan larutan berwarna. Hukum ini menyatakan apabila seberkas sinar monokromatis melalui media yang menyerap sinar, maka intensitasnya akan berkurang secara eksponen dengan bertambah panjangnya media tersebut. Kombinasi kedua hukum ini menurunkan hukum *Lambert-Beer*:

$$T = \frac{I}{I_0} = 10^{-kel}$$

$$A = \log \frac{I}{I_0} = C$$

dimana:

A = penyerapan atau densitas optik larutan

I₀ = intensitas cahaya masuk

I = intensitas cahaya keluar

k = konstanta

c = konsentrasi larutan

l = panjang kuvet

Turbidimeter mengukur cahaya yang terserap. Angka yang ditunjukkan oleh diafragma diplotkan dalam kurva standar untuk mendapatkan besarnya kekeruhan dalam mg/L SiO₂. Penentuan kekeruhan sebaiknya dilakukan pada hari yang sama dengan pengambilan sampel. Bila sampel disimpan maka harus dalam ruangan gelap,

maksimum sampai 24 jam. Penyimpanan yang terlalu lama dapat menyebabkan perubahan yang permanen. Sebelum diperiksa, sampel harus dikocok terlebih dahulu.

2.1.2 Peralatan

a. Turbidimeter Eutech TN 100



b. Kuvet Turbidimeter



2.1.3 Cara kerja

a. Kalibrasi Turbidimeter

- Tekan Tombol ON, lalu tekan tombol CAL untuk memulai kalibrasi.
- Selanjutnya pada layar akan tampil konsentrasi larutan standar kalibrasi dengan nilai NTU tertentu.
- Masukkan larutan standar kalibrasi yang diminta ke dalam turbidimeter, lalu tutup kuvet dengan tutup yang tersedia.

Tekan tombol READ. Diamkan hingga nilai NTU berkedip, dan berganti dengan nilai NTU larutan standar kalibrasi lain yang diminta.

Cal 1: Larutan standar kalibrasi 800 NTU

Cal 2: Larutan standar kalibrasi 100 NTU

Cal 3: Larutan standar kalibrasi 20 NTU

Cal 4: Larutan standar kalibrasi 0,02 NTU

- Turbidimeter siap digunakan (standby)

Catatan: Kalibrasi ulang sebaiknya dilakukan minimal satu kali dalam satu bulan untuk mendapatkan akurasi optimum.

b. Pengukuran Kekeruhan Sampel

- Bilas kuvet turbidimeter dengan air suling.
- Kocok sampel hingga homogen, lalu masukkan ke dalam kuvet turbidimeter hingga tanda batas.
- Masukkan ke dalam turbidimeter, tutup kuvet dengan tutup yang tersedia. Tekan tombol READ.

- Diamkan hingga layar turbidimeter memberikan pembacaan yang tetap.
- Catat hasil kekeruhan sampel (NTU).

2.2 PADATAN (*Solids*)

2.2.1 Penentuan TDS (*Total Dissolved Solids* = total padatan terlarut)

A. Pembahasan Umum

Kekuatan ion merupakan parameter yang menunjukkan kekuatan interaksi antara ion-ion yang ada dalam larutan. Kekuatan ion tidak mempunyai dimensi besaran tetapi untuk kemudahan biasa dipakai besaran molar. Dalam prakteknya pemakaian kekuatan ion digunakan untuk menghitung koefisien analitik larutan yang tak ideal.

Kekuatan ion ditentukan dengan hubungan :

$$I = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^{i=i} C_i Z_i^2 \dots\dots\dots (1)$$

keterangan :

- I = kekuatan ion
- C_i = konsentrasi analitis spesies ke-i (mol/liter)
- Z_i = bilangan oksidasi spesies ke-i

Dalam kenyataan, sulit untuk menentukan jenis ion-ion dan konsentrasinya secara cepat dan tepat. *Longelur*, memberikan hubungan antara kekuatan ion terhadap total zat padat terlarut (TDS):

$$I = (2.5 \times 10^{-5}) \times \text{TDS} \dots\dots\dots (2)$$

Persamaan (2) berlaku untuk konsentrasi TDS kurang dari 1000 mg/L dan larutan yang tidak mengandung ion-ion silika. Karena di dalam air alam sering terdapat ion-ion silika, maka persamaan 2 perlu dikoreksi. *Kemp* memberikan hubungan kekuatan ion terhadap air yang mengandung ion-ion silika sebagai berikut :

$$I = (2.5 \times 10^{-5}) \times (\text{TDS} - 20) \dots\dots\dots (3)$$

Kekuatan ion air alam (di mana garam-garam terlarut merupakan bagian TDS) dapat juga dinyatakan sebagai berikut :

$$I = (2.5 \times 10^{-5}) \times (\text{EC})g \dots\dots\dots (4)$$

Keterangan :

- EC : hantaran listrik pada suhu 20°C
- g : faktor pembanding dengan harga 0,55-0,70 (umum dipakai hanya 0,67)

Analisis TDS dilakukan dengan menguapkan sampel air beserta partikel yang terlarut dengan ukuran berkisar 10⁻⁸ m. Hasil analisis TDS menunjukkan banyaknya partikel yang melewati filter. Maka besarnya nilai TDS akan dipengaruhi oleh besarnya pori-pori penyaring/filter. Pada umumnya akan digunakan kertas saring dengan ukuran 10⁻⁵ m atau membran filter yang mempunyai ukuran 0,20-45 x 10⁻⁶ m. Oleh karena itu pada analisis TDS akan didapatkan pula beberapa partikel koloid dengan ukurannya 10⁻⁹ - 10⁻⁵ m yang ikut tersaring. Dengan demikian konsentrasi TDS dalam suatu sampel air tidak hanya menunjukkan banyaknya zat padat terlarut, namun juga konsentrasi koloid yang melewati filter/penyaring.

B. Peralatan

- piringan penguap dengan kapasitas 100 ml yang terbuat dari porselin;
- penangas air, terkalibrasi;
- desikator yang berisi silika gel, terkalibrasi;
- oven, terkalibrasi;
- neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg terkalibrasi;
- pengaduk magnetik, terkalibrasi;
- pipet 50 ml terkalibrasi.

C. Cara kerja

- Panaskan piringan penguap bersih pada suhu 103°C - 105°C selama 1 jam pada oven, dinginkan dalam desikator, kemudian ditimbang sampai bobot tetap.
- Pipet sebanyak 50 ml contoh yang telah diaduk dan disaring dengan kertas saring berpori 0,45 μ m, pindahkan ke dalam piringan yang telah ditimbang terlebih dahulu dan uapkan sampai kering di atas penangas atau di dalam oven pengering. Bila menggunakan oven pengering turunkan suhu 2°C di bawah titik didih untuk menghindari pemercikan.

Masukkan contoh yang telah dikeringkan ke dalam oven pada suhu 103°C - 105°C selama 1 jam, dinginkan piringan dalam desikator dan selanjutnya ditimbang. Ulangi pengerjaan tersebut sampai diperoleh bobot tetap atau perubahan berat tidak lebih dari 4% berat sebelumnya atau 0,5 mg. Pengerjaan duplo tidak lebih dari 5%.

D. Perhitungan

$$\text{TDS (mg/L)} = (A - B) \times \frac{1000}{\text{mL sampel}}$$

Keterangan :

- A : berat labu didih dan endapan/residu terlarut (mg)
- B : berat labu didih kosong (mg)

2.2.2 Total padatan (*Total Solids*)

a. Prinsip Penetapan

Sampel air yang telah dikocok merata, diuapkan/dikisatkan dalam cawan yang diketahui beratnya, dan kemudian dikeringkan dalam tungku 103–105°C sampai beratnya konstan.

Beda berat cawan kosong dengan yang berisi contoh air yang sudah dikisatkan dan dikeringkan merupakan berat sisa pengisatan total (total residu).

b. Peralatan

1. Cawan penguap (100 ml) yang dibuat dari porselen atau platina
2. Pengisian air (*steambath*)
3. Tungku pengering
4. Desikator
5. Timbangan analitis
6. Tungku temperatur tinggi

c. Cara kerja

- Aturlah tungku pada temperatur 550 + 50 °C dan masukkan cawan penguap ke dalamnya selama 1 jam.
- Dinginkan cawan dalam desikator sampai siap untuk dipergunakan.
- Timbang cawan kosong dengan neraca analitik (B).
- Sampel yang akan di ukur terlebih dahulu disaring dengan filter berpori 0,45 µm.
- Masukkan contoh air (50 atau 100 mL) ke dalam cawan penguap tersebut, dan uapkan sampai habis (dikisatkan dengan pemanas).
- Keringkan cawan + sampel yang telah dikisatkan dalam oven 103-105 °C selama 1 jam.
- Dinginkan dalam desikator, lalu timbang.
- Ulangi lagi pengeringan pada 103-105 °C, dinginkan dalam desikator dan timbang, sampai berat yang diperoleh konstan atau pengurangan berat tidak lebih dari 4% dari penimbangan sebelumnya, atau kurang dari 0,5 mg.

$$\text{Total Sisa Pengkisan (mg/L)} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{mL sampel}}$$

Keterangan:

A = berat konstan labu didih + padatan terlarut (mg)

B = berat labu didih kosong (mg)

2.2.3 Bahan Tersuspensi (*Total Suspended Solids* – TSS)

a. Prinsip Penetapan

Pemeriksaan residu tersuspensi/padatan tidak larut, dilakukan dengan cara menimbang berat residu di dalam sampel yang tertahan pada kertas saring berpori 0.45 µm dan telah dikeringkan pada suhu 103-105°C hingga diperoleh berat konstan.

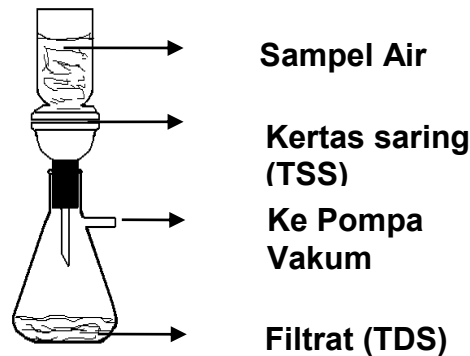
b. Peralatan

- Alat penyaring (lengkap dengan peralatan *vacum*)
- Kertas saring
- Oven
- Desikator
- Neraca analitik dan penjepit

c. Cara kerja

- Keringkan kertas saring 0.45 µm dalam cawan porselein didalam oven pada suhu 103-105°C selama 1 jam, dinginkan dalam desikator, lalu ditimbang (B)
- Kocok sampel air hingga homogen lalu tuang kedalam labu ukur sebanyak 100 ml
- Kemudian masukkan kedalam alat penyaring (lihat gambar) - sampel disesuaikan dengan kadar residu tersuspensi.

- Saring sampel kemudian ambil kertas saring dengan pinset, letakkan didalam cawan porselen kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 103-105 °C selama 1 jam,
- Kemudian dinginkan dalam desikator selama 10 menit.
- Timbang kertas saring (A).



$$\text{Total Bahan Tersuspensi (mg/L)} = (A - B) \times \frac{1000}{\text{mL sampel}}$$

keterangan :

- A : berat konstan kertas saring + residu (mg)
- B : berat kertas saring kosong (mg)

2.2.4 Bahan Tersuspensi yang mudah menguap (Volatile Suspended Solid (VSS))

a. Cara Kerja

- Lanjutkan penentuan TSS,
- Setelah ditimbang, cawan porselen tersebut dimasukkan dalam furnace dengan temperature 550-600°C selama 1 jam
- Setelah dingin, masukkan dalam desikator dan timbang.(C)

$$\text{Volatile SuspendedSolid (VSS) (mg/L)} = \text{TSS} - C$$

Keterangan :

- TSS = hasil perhitungan TSS sebelumnya
- C = berat abu (mg)

2.3 DAYA HANTAR LISTRIK (*Conductivity*)

Pemeriksaan terhadap bahan terlarut dalam air dapat dilakukan secara cepat dengan penetapan daya hantar listrik suatu larutan. Penetapan ini merupakan pengukuran terhadap kemampuan sampel air untuk menghantar aliran listrik. Besar kecilnya hasil pengukuran bergantung pada konsentrasi total zat terlarut yang terionisasi dalam air dan suhu air. Mobilitas berbagai ion-ion terlarut berikutnya valensinya dan konsentrasinya akan mempengaruhi daya hantar listriknya.

Larutan yang mengandung ion-ion akan menghantar aliran listrik. Umumnya asam, basa dan garam-garam anorganik merupakan penghantar yang baik. Sebaliknya senyawa-senyawa organik yang tidak berionisasi dalam larutan, seperti sukrosa dan

benzena merupakan penghantar listrik yang lemah. Air suling yang baru dibuat memiliki daya hantar sebesar 0,5-2 $\mu\text{mhos/cm}$, dan setelah berumur beberapa minggu naik menjadi 2-4 $\mu\text{mhos/cm}$. Daya hantar listrik air minum umumnya berkisar antara 50-1500 $\mu\text{mhos/cm}$, sedangkan daya hantar air buangan bervariasi menurut karakteristiknya.

2.3.1 Prinsip penetapan daya hantar listrik

Pada umumnya senyawa anorganik terlarut dalam air ditemukan dalam bentuk ion-ion. Ion-ion ini menghantarkan aliran listrik dan bergerak ke arah elektroda-elektroda yang terdapat dalam lerutan tersebut. Ion-ion yang negatif akan bermigrasi ke arah elektroda positif. Daya hantar listrik larutan diukur dengan menggunakan sel konduktivitas yang dihubungkan dengan rangkaian jembatan *Wheatstone*. Susunan ini melakukan pengukuran aliran listrik larutan, sehingga dapat diukur sebagai perbandingan aliran listrik bolak-balik yang melalui sel terhadap volt yang diberikan. Resistensi listrik larutan berbanding terbalik dengan daya hantar listrik.

$$k = \frac{1}{p}$$

dimana :

k = daya hantar listrik spesifik dalam 1/ohm-cm
(disebut $\mu\text{mhos/cm}$)

p = resistensi listrik spesifik dalam ohm-cm

Dengan demikian daya hantar spesifik adalah daya hantar konduktor dengan panjang 1 cm dan luas penampang 1 cm^2 .

$$\text{Konstanta sel konduktivitas } C = K \times R$$

keterangan :

k = daya hantar listrik larutan

R = tahanan listrik larutan

Bila C dan R diketahui maka k larutan dapat diukur.

Daya hantar listrik larutan dipengaruhi pula oleh suhu larutan. Setiap kenaikan 1°C akan menyebabkan kenaikan dalam daya listrik, contoh air harus disertai dengan pengukuran terhadap temperatur air.

Catatan :

1. Daya hantar listrik merupakan fungsi dari temperatur.

Contoh air biasanya disimpan dalam bak yang dilengkapi dengan thermostat yang umumnya distel dalam temperatur 20 °C.

Apabila temperaturnya diketahui tidak sama dengan 20 °C harga daya hantar listriknya dapat dikoreksi :

$$K_{20^\circ\text{C}} = K_t \times f$$

keterangan :

K_t = daya hantar listrik pada temperatur T°C

f = faktor koreksi menurut Tabel 2.1

2. Sebelum melakukan pengukuran daya hantar listrik, elektroda pengukur daya hantar listrik terlebih dahulu perlu dikalibrasi pada temperatur yang sama dengan kondisi pengukuran.
Dalam hal ini digunakan larutan standar KCl yang telah diketahui tahanannya sebagai fungsi dari temperatur.
3. Bila contoh air mempunyai konsentrasi bahan mineral yang rendah, sehingga daya hantar listriknya rendah, prosedur kalibrasi elektrodanya dilakukan dengan larutan KCl yang encer, misalnya 0,01 N.

2.3.2 Cara Kerja

- a. Bilas elektroda dengan air suling sebelum dicelupkan pada sampel air yang akan diuji.
- b. Celupkan elektroda ke dalam sampel air hingga konduktometer menunjukkan pembacaan yang tetap.
- c. Catat hasil pembacaan skala atau angka pada tampilan konduktometer, lalu catat pula suhu sampel air.

2.4 WARNA (*Colour*)

Warna air alam dapat dibedakan menjadi 2 jenis yaitu :

1. Warna sesungguhnya (*true colour*) ditimbulkan oleh kandungan senyawa organik seperti lignin, humus dan dekomposisi bahan-bahan organik (daun tumbuh-tumbuhan dan lain-lain). Warna sesungguhnya akan tetap ada meskipun kekeruhan (yang dapat menimbulkan warna dalam air) sudah dihilangkan.
2. Warna bukan sesungguhnya (*apparent colour*) ditimbulkan oleh kehadiran bahan-bahan tersuspensi dalam air industri dan lain sebagainya. Warna bukan sesungguhnya ini ditetapkan dari contoh air asli tanpa melalui penyaringan atau (filtrasi) atau sentrifugasi.

2.4.1 Prinsip penetapan

Penentuan warna dilakukan dengan membandingkan sampel air pada larutan berwarna serupa air alami yang konsentrasinya sudah diketahui. Metode platina-kobalt merupakan metode standar yang digunakan dalam penentuan warna air dikarenakan reaksi antara larutan K_2PtCl_6 (*kalium khloroplatinat*) dengan $CoCl_2$ (kobalt klorida) akan menghasilkan warna menyerupai air alami, yaitu berwarna kuning kecoklatan. Dalam metode platina-kobalt, penentuan warna air dilakukan dengan membandingkan warna sampel terhadap serangkaian larutan standar yang dibuat dari K_2PtCl_6 dan $CoCl_2$. Adapun warna yang dihasilkan dari 1 mg/L platinum sebagai ion khloroplatinat sama dengan 1 unit warna.

Umumnya pembuatan larutan standar diperoleh dari larutan induk yang mengandung 500 mg/L platinum (500 unit warna). Dari larutan induk dibuat serangkaian larutan standar dengan unit warna 0-70 unit yang disimpan dalam tabung-tabung Nessler bervolume 50 ml. Sampel air yang berwarna kurang dari 70 unit dapat langsung dibandingkan dengan larutan-larutan standar. Sampel-sampel yang

warnanya lebih dari 70 unit harus diencerkan terlebih dahulu dengan air suling, kemudian penetapan warna dilakukan dengan faktor koreksi yang sesuai dengan pengenceran yang dilakukan.

Sampel harus ditempatkan dalam botol-botol sampel yang bersih. Penetapan warna sebaiknya dilakukan sedini mungkin karena selama penyimpanan dapat terjadi perubahan fisik atau aktivitas biologis yang akan mempengaruhi warna sampel. Intensitas warna umumnya bertambah dengan kenaikan pH air, sehingga penetapan warna air senantiasa harus disertai dengan pengukuran pH air. Penetapan warna alami akan mengalami gangguan bila terdapat senyawa tersuspensi atau kekeruhan dalam air. Oleh karena itu zat-zat tersuspensi perlu dihilangkan terlebih dahulu. Umumnya dengan filtrasi maupun sentrifugasi. Selama larutan tersebut terlindung dari kontaminasi debu dan dari penguapan, maka dapat dipergunakan untuk jangka beberapa bulan.

2.4.2 Peralatan

- Spektrofotometer UV-Visible
- Labu ukur 25, 100 mL
- pH meter
- Pipet volumetri 1, 5, 10 mL
- Gelas piala
- Kertas saring ukuran pori 0,45 μ m
- Kertas alumunium foil

2.4.3 Cara kerja :

A. Persiapan Pengujian

a. Pembuatan Larutan Induk Warna 100 unit Pt-Co

- Larutkan 0,02492 g kalium heksa kloroplatinat K_2PtCl_6 (ekivalen dengan 500 mg platinum) dan 0,02 g kobalt klorida heksahidrat $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ (ekivalen dengan 250 mg Co) dengan 2 mL HCl pekat.
- Pindahkan larutan ke labu ukur 100 mL, lalu tepatkan dengan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.

b. Pembuatan Larutan Kerja

- Pipet larutan induk Pt-Co 0; 0,25 ; 0,5; 0,75; 1; 1,25; 2,5 dan 7,5 mL ke dalam labu ukur 25 mL.
- Tambahkan air suling hingga tanda batas, lalu homogenkan. sehingga masing-masing larutan standar memiliki satuan warna 0, 1, 2, 3, 4,5, 10, dan 30 unit Pt-Co.
- Tutup larutan standar dengan kertas alumunium jika tidak digunakan agar terhindar dari kontaminasi debu dan penguapan.
- Simpan larutan pada botol borosilikat maksimal 1 bulan.

B. Pemeriksaan dengan Membandingkan Warna Air secara Visual :

- Masukkan sampel air yang diperiksa dalam tabung Nessler sampai tanda 50 mL, lalu bandingkan sampel dengan larutan standar.
- Lihat secara vertikal ke bawah melalui tabung-tabung. Bila warna larutan sampel melebihi 30 unit, encerkan dengan air suling dalam perbandingan yang diketahui hingga warna larutan sampel air dapat dibandingkan dengan larutan standar.
- Ukur pH larutan sampel air, lalu hitung unit warna dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Unit warna (Pt - Co)} = \frac{A \times V}{B}$$

- keterangan :
- A : Unit warna mula-mula (yang diencerkan)
 - B : Volume sampel yang diencerkan (mL)
 - V : Volume akhir setelah pengenceran (ml)

C. Pemeriksaan Secara Spektrofotometri :

a. Pembuatan Kurva Kalibrasi

- Lakukan pencarian panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum antara 400-700 nm, lalu ukur serapan larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang tersebut.
- Buat kurva kalibrasi dengan mengalurkan serapan terhadap unit Pt-Co, lalu tentukan persamaan garis lurusnya.

b. Pengukuran Sampel Uji

- Saring sampel air dengan filter berpori 0,45 μm .
- Atur pH larutan menjadi 7,6 dengan penambahan H_2SO_4 atau NaOH .
- Lakukan pencarian panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum antara 400-700 nm, lalu ukur serapan larutan sampel air pada panjang gelombang tersebut.
- Tentukan nilai unit warnanya menggunakan kurva kalibrasi yang sudah dibuat.

Perhitungan:

$$\text{Unit Pt-Co} = C \times fp$$

Keterangan:

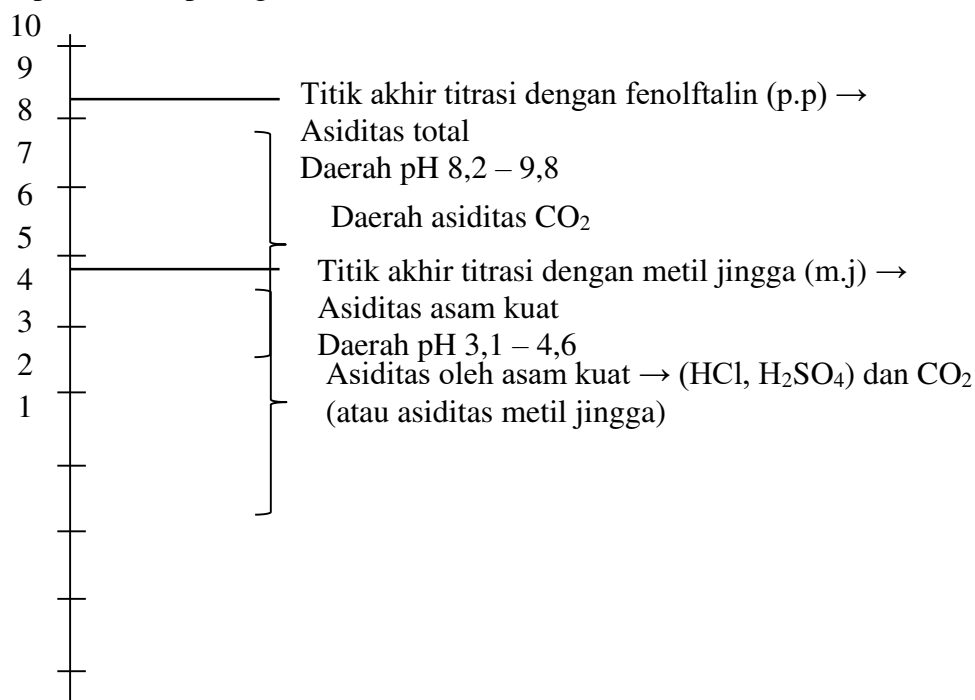
- C : nilai yang didapat dari kurva kalibrasi (unit Pt-Co)
- fp : faktor pengenceran

BAB III

PENETAPAN ASIDITAS, ALKALINITAS, DAN CO₂

3.1 PENETAPAN ASIDITAS

Asiditas didefinisikan sebagai kemampuan air menetralkan basa kuat untuk mencapai pH tertentu. Pada umumnya asiditas air disebabkan oleh adanya asam-asam mineral kuat (HCl, H₂SO₄), garam-garam berasal dari reaksi antara asam kuat dengan basa lemah, dan CO₂ terlarut dalam air. Adapun CO₂ terlarut dalam air biasanya merupakan faktor terbesar penyebab asiditas pada air. Pada suatu titrasi basa kuat terhadap sampel air yang hanya mengandung karbon dioksida-bikarbonat-karbonat yang sudah ditetesi indikator fenoftalein menunjukkan adanya proses netralisasi dari bentuk asam karbonat (H₂CO₃) menjadi bikarbonat (HCO₃⁻) pada pH 8,3. Pada pH 8,3 tersebut terjadi perubahan warna larutan yang nyata yaitu dari bening menjadi keunguan. Oleh karena itu pH 8,3 disebut sebagai titik akhir titrasi. Sementara apabila kepada larutan ditetesi indikator metil jingga, titik akhir titrasi terjadi pada pH 4,5 yang ditandai dengan adanya perubahan warna larutan yang nyata, yaitu dari warna merah menjadi jingga. Berdasarkan hal tersebut, maka pH 4,5 dan 8,3 dijadikan sebagai acuan titik akhir titrasi dalam penentuan asiditas. Jika suatu air memiliki pH lebih rendah dari 8,3 berarti air tersebut memiliki sifat asam (asiditas), sebagaimana diperlihatkan pada gambar 2.1. dibawah ini:



Gambar 3.1. Jenis asiditas dalam air

Dengan pengertian tersebut kita mengenal

- asiditas total (dengan indikator m.j + p.p)
- asiditas asam kuat (dengan indikator m.j)

Asiditas merupakan sifat air yang perlu diperhatikan, karena asam menunjukkan sifat yang sangat korosif dan dapat mempengaruhi proses kimiawi dan proses biologis tertentu.

3.1.1 Prinsip Penetapan

Asiditas air ditentukan berdasarkan proses netralisasi ion-ion H^+ dengan larutan standar alkali (basa kuat) pada pH tertentu yang disebut sebagai titik akhir titrasi. Keberadaan ion-ion H^+ dalam larutan tersebut merupakan hasil disosiasi atau pun hidrolisis ketika bereaksi dengan standar alkali (basa kuat). Titik akhir titrasi ditandai dengan adanya perubahan warna larutan yang sudah diberikan indikator. Umumnya indikator yang digunakan adalah metil jingga dan fenolftalin. Asam kuat ditetapkan dengan menggunakan indikator m.j (metil jingga) yang memberikan warna merah pada $pH \leq 4,5$ dan warna jingga pada $pH > 4,5$ Sementara asiditas CO_2 terlarut ditetapkan dengan menggunakan indikator p.p (fenolftalin) yang tidak memberikan warna pada $pH < 8,3$ tetapi memberikan warna ungu pada $pH > 8,3$.

3.1.2 Pereaksi

- a. Larutan Kalium Hidrogen Ftalat ($KHC_8H_4O_4$) 0,05 N
 - Haluskan 1,5-2,0 g $KHC_8H_4O_4$ hingga ukurannya kurang lebih 100 mesh, lalu keringkan pada suhu $120^\circ C$ selama 2 jam. Dinginkan dalam desikator.
 - Setelah dingin, timbang 1,0151 g, kemudian larutkan dengan air suling sampai volumenya tepat 100 mL.
- b. Larutan Standar NaOH 0,1 N (1 mL = 5,00 mg $CaCO_3$)
Larutkan 2 g NaOH dalam 500 mL air suling, lalu homogenkan.
- c. Larutan NaOH 0,02 N
Pipet 200 mL NaOH 0,1 N ke dalam labu ukur 1000 mL, tambahkan air suling hingga tanda batas. Homogenkan.
- d. Indikator Metil Jingga
- e. Indikator Fenolftalin (Indikator pH 8,3)

3.1.3 Cara kerja

a. Penentuan Normalitas NaOH

- Pipet 40 mL larutan $KHC_8H_4O_4$ ke dalam labu erlenmeyer 250 mL.
- Titrasi larutan $KHC_8H_4O_4$ tersebut dengan larutan standar NaOH. Catat volume NaOH yang terpakai.
- Hitung normalitas NaOH menggunakan rumus:

$$N \text{ NaOH} = \frac{V \text{ KHP} \times N \text{ KHP}}{V \text{ NaOH}}$$

b. Penetapan Asiditas

- Pipet 50 mL larutan sampel air ke dalam labu erlenmeyer.
- Ukur pH larutan sampel air tersebut.

Apabila $\text{pH} < 3$, teteskan ke dalam sampel 3 tetes indikator m.j (metil jingga), aduk.

- Titrasi dengan larutan standar NaOH 0,02 N hingga tepat terjadi perubahan warna dari merah menjadi jingga. Catat volume NaOH yang terpakai (A)
- Selanjutnya teteskan pula 3 tetes indikator p.p (fenolftalin), lalu kocok sampai terlihat warna merah muda seulas. Catat volume NaOH yang terpakai (B).

Catatan :

Apabila pH sampel air $> 4,5$ maka titrasi hanya dilakukan dengan menggunakan indikator p.p.

Pengadukan terlalu berlebih dapat menyebabkan nilai CO_2 berkurang.

3.1.4. Perhitungan

$$\text{Asiditas Total sebagai CaCO}_3 \text{ (mg/L)} = \frac{(A + B) \times N_{\text{NaOH}}}{\text{mL sampel}} \times 1000 \times \text{BE CaCO}_3$$

$$\text{Asiditas Asam Kuat (m.j) sebagai CaCO}_3 \text{ (mg/L)} = \frac{A \times N_{\text{NaOH}}}{\text{mL sampel}} \times 1000 \times \text{BE CaCO}_3$$

$$\text{Asiditas CO}_2 \text{ sebagai CaCO}_3 \text{ (mg/L)} = \text{Asiditas Total} - \text{Asiditas Asam Kuat}$$

Keterangan :

A : volume NaOH untuk titrasi dengan indikator m.j (mL)

B : volume NaOH untuk titrasi dengan indikator p.p (mL)

BE : berat ekuivalen CaCO_3 (50 gram ekuivalen/mol)

3.2 PENETAPAN ALKALINITAS

Alkalinitas air merupakan kemampuan air untuk menetralkan asam. Secara umum sifat alkalinitas air disebabkan oleh adanya garam-garam basa lemah dan basa kuat yang terkandung. Beberapa ion yang menyebabkan sifat alkalinitas pada air, yaitu:

- ion hidroksida (OH^-)
- ion karbonat (CO_3^{2-})
- ion hidrokarbonat/bikarbonat (HCO_3^-)

Selain itu, alkalinitas juga ditimbulkan oleh garam-garam yang berasal dari asam lemah seperti borat, silikat, dan fosfat; namun tidak terlalu berpengaruh karena umumnya keberadaan senyawa tersebut hanya dalam konsentrasi rendah.

Hasil pengukuran alkalinitas pada air digunakan dalam mengontrol pengolahan air bersih dan air limbah. Air limbah rumah tangga mempunyai alkalinitas yang lebih tinggi dari pada alkalinitas air bersih.

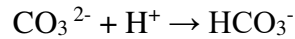
3.2.1 Prinsip Penetapan

Penetapan alkalinitas dilakukan secara volumetrik, yaitu dengan titrasi yang menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) atau asam klorida (HCl) 0,02 N. Ion-ion hidroksil (OH^-) yang terkandung dalam sampel air sebagai hasil disosiasi atau hidrolisis bahan-

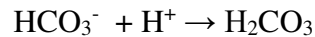
bahan terlarut dinetralkan oleh larutan standar asam, baik asam sulfat (H₂SO₄) atau asam klorida (HCl).

Dalam penetapan alkalinitas, jika sampel air memiliki pH > 8,3, prosedur titrasi dilakukan dalam dua tahap, yaitu:

- c. Tahap I : titrasi dilakukan sampai pH air mencapai 8,3 dengan indikator p.p (fenolftalin). Pada tahap ini terjadi reaksi ion karbonat menjadi ion bikarbonat.



- d. Tahap II: titrasi dilakukan sampai pH air mencapai 4,5 dengan indikator m.j (metil jingga). Pada tahap ini terjadi reaksi ion bikarbonat menjadi asam karbonat.



Dengan demikian kita mengenal dua macam alkalinitas yaitu :

- Alkalinitas total (dengan indikator p.p dan m.j)
- Alkalinitas fenolftalin (dengan indikator p.p)

3.2.2 Hubungan antara Ion dan Alkalinitas

Hubungan antara hasil penetapan dengan ion-ion penyebab alkalinitas yang terkandung dalam sampel air diberikan dalam Tabel 1 berikut ini :

Tabel 2.1. Hubungan Alkalinitas

| Hasil Titrasi | | Alkalinitas hidroksida sebagai CaCO ₃ | Alkalinitas Karbonat sebagai CaCO ₃ | Kadar bikarbonat sebagai CaCO ₃ |
|---------------|---|--------------------------------------------------|------------------------------------------------|--------------------------------------------|
| P | 0 | 0 | 0 | T (B) |
| P < ½ | T | 0 | 2P | T - 2P (A) |
| P = ½ | T | 0 | 2P | 0 (A) |
| P > ½ | T | 2P - T | 2(T-P) | 0 (A) |
| P | T | T | 0 | 0 (A) |

Sumber: *Standard Methods for Examination of Water and Wastewater*. APHA, 19th Edition. (1995)

Keterangan :

P = alkalinitas p.p

T = alkalinitas total

B = tahap II

A = tahap I

3.2.3 Pereaksi

- a. Larutan Na₂CO₃ 0,05 N

- Keringkan 3-5 g Na₂CO₃ p.a. pada suhu 250°C selama 4 jam, kemudian dinginkan dalam desikator.
- Timbang 2,5 ± 0,2 g, lalu masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL.
- Tambahkan air suling sampai tanda tera. Homogenkan.

Catatan: Larutan ini tidak boleh disimpan lebih dari 1 minggu.

- b. Larutan Standar H₂SO₄ 0,1 N

Pipet 2,8 mL H₂SO₄ 98 % (ρ = 1,8 g/mL) ke dalam labu ukur 1000 mL, lalu tambahkan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.

(1 mL larutan standar asam 0,1 N = 5,0 mg CaCO₃)

- c. Larutan Standar H₂SO₄ 0,02 N

Pipet 200 mL larutan standar H₂SO₄ 0,1 ke dalam labu ukur 1000 mL, lalu tambahkan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.
(1 mL larutan standar asam 0,02 N = 1,0 mg CaCO₃)

3.2.4 Cara kerja

1. Standarisasi H₂SO₄ oleh Na₂CO₃

- Pipet 40 mL Na₂CO₃ 0,05 N ke dalam labu erlenmeyer, lalu tambahkan 60 mL air suling.
- Titrasi dengan larutan standar H₂SO₄ sampai pH larutan mencapai 5.
- Didihkan selama 3-5 menit larutan dalam erlenmeyer sambil ditutup dengan kaca arloji.
- Dinginkan larutan pada suhu ruang, lalu bilas kaca arloji (air bilasan dimasukkan dalam larutan yang dititrasi).
- Lanjutkan titrasi hingga tepat terjadi perubahan warna. Catat volume larutan standar H₂SO₄ yang terpakai.
- Hitung normalitas larutan asam menggunakan rumus:

$$\text{Normalitas larutan asam} = \frac{A \times B}{53 \times C}$$

keterangan :

- A : massa Na₂CO₃ untuk membuat larutan 0,05 N (gram)
- B : volume larutan Na₂CO₃ yang dipipet (mL)
- C : volume larutan asam yang terpakai (mL)
- 53 : massa ekuivalen Na₂CO₃

2. Penetapan Alkalinitas

- Ukur pH sampel air untuk memperkirakan komposisi alkalinitas yang terkandung. Jika:
pH > 10 menunjukkan adanya (OH⁻)
pH = 8,5-10 menunjukkan adanya (CO₃²⁻)
pH < 7 menunjukkan adanya bikarbonat (HCO₃⁻)
- Jika pH sampel air ≥ 8,5, lakukan titrasi 50 mL sampel air dengan larutan H₂SO₄ 0,02 N menggunakan indikator fenolftalin sampai warna merah tepat hilang. (alkalinitas p.p – **A** mL). Selanjutnya tambahkan 3 tetes indikator metil jingga ke dalam sampel air tersebut, lalu lanjutkan titrasi sampai tepat terjadi perubahan warna larutan menjadi merah (alkalinitas m.j – **B** mL).
- Jika pH sampel air < 8,5, lakukan titrasi 50 mL sampel air dengan larutan H₂SO₄ 0,02 N menggunakan indikator metil jingga sampai terjadi perubahan warna larutan menjadi merah. Catat volume larutan standar H₂SO₄ yang digunakan (alkalinitas m.j).

3.2.5 Perhitungan

$$\text{Alkalinitas p.p sebagai CaCO}_3 \text{ (mg/L)} = \frac{A \times N \times \text{BE CaCO}_3 \times 1000}{\text{mL sampel air}}$$

$$\text{Alkalinitas m.j sebagai CaCO}_3 \text{ (mg/L)} = \frac{(B - A) \times N \times \text{BE CaCO}_3 \times 1000}{\text{mL sampel air}}$$

$$\text{Alkalinitas Total sebagai CaCO}_3 \text{ (mg/L)} = \frac{B \times N \times \text{BE CaCO}_3 \times 1000}{\text{mL sampel air}}$$

keterangan :

- A : volume larutan standar asam untuk titrasi tahap I (p.p)
 B : volume larutan standar asam untuk titrasi tahap II (m.j)
 N : normalitas larutan standar asam

3.3 PENETAPAN CO₂ BEBAS

Air permukaan mengandung CO₂ bebas < 10 mg/L, sedangkan air tanah umumnya memiliki kadar CO₂ bebas dapat lebih tinggi dari air permukaan. Keberadaan CO₂ dalam air dapat menimbulkan korosi, oleh karena itu dalam proses pengolahan air dilakukan rekarbonisasi pada tahapan akhir.

3.3.1 Prinsip Penetapan

CO₂ bebas bereaksi dengan natrium karbonat atau natrium hidroksida membentuk natrium bikarbonat.



Telah sempurna reaksi pembentukan natrium bikarbonat ditandai adanya perubahan warna larutan menjadi merah muda pada titik ekuivalen, yaitu sekitar pH 8,3 dengan bantuan penambahan indikator fenolftalin sebelumnya pada larutan sampel. Penentuan CO₂ bebas harus dilekukan segera setelah pengambilan sampel.

3.3.2. Peralatan

- Pipet gondok
- Labu erlenmeyer
- Buret

3.3.3. Pereaksi

- a. Air bebas CO₂

Panaskan air suling hingga mendidih selama 15 menit, lalu dinginkan.
 (pH air ≥ 6,0 konduktifitas < 2 μmhos/cm)

- b. Larutan Kalium Hidrogen Ftalat (KHC₈H₄O₄) 0,5 N

- Haluskan 15-20 g KHC₈H₄O₄ hingga ukurannya kurang lebih 100 mesh, lalu keringkan pada suhu 120°C selama 2 jam. Dinginkan dalam desikator.
- Setelah dingin, timbang 10,0 ± 0,5 g, kemudian larutkan dengan air suling sampai volumenya tepat 1000 mL.

- c. Larutan Standar NaOH 0,1 N (1 mL = 5,00 mg CaCO₃)

Larutkan 0,4 g NaOH dalam 100 mL air suling, lalu homogenkan.

- d. Larutan Standar NaOH 0,02 N (1 mL = 1,00 mg CaCO₃)

Pipet 200 mL NaOH 0,1 N ke dalam labu ukur 1000 mL, lalu tambahkan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.

e. Larutan Natrium Tiosulfat 0,1 M

Larutkan 25 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan air suling, lalu tepatkan volumenya hingga 1000 mL.

f. Indikator Fenolftalein (Indikator pH 8,3)

3.3.4 Cara kerja

- Pipet 50 mL sampel air ke dalam labu erlenmeyer.
- Jika sampel air mengandung klor bebas, tambahkan 0,05 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 M untuk menghilangkannya.
- Tambahkan 3 tetes indikator p.p (fenolftalin), lalu titrasi larutan sampel dengan standar NaOH 0,02 M hingga tepat terjadi perubahan warna. Catat volume NaOH yang terpakai.

3.3.5 Perhitungan

$$\text{mg CO}_2/\text{L} = \frac{A \times N \times 44 \times 1000}{\text{mL sampel}}$$

keterangan :

A : volume NaOH yang terpakai (mL)

N : normalitas NaOH

44 : berat ekivalen CO_2

1000 : konversi mL ke L

BAB IV

PENETAPAN KESADAHAN DAN KLORIDA

4.1 PENETAPAN KESADAHAN AIR

4.1.1 Pembahasan umum

Pada mulanya kesadahan air diartikan sebagai kapasitas air untuk mengendapkan sabun. Kesadahan air yang paling banyak adalah akibat hadirnya ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} , walaupun terdapat kation polivalen yang lainnya, namun biasanya kation-kation tersebut membentuk kompleks dengan kandungan organik yang ada dalam air, sehingga keberadaannya dalam kesadahan air dapat diabaikan. Oleh karena itu penetapan kesadahan hanya difokuskan pada penentuan kadar Ca^{2+} dan Mg^{2+} dalam air.

Beberapa istilah dalam kesadahan air yang perlu diingat antara lain:

- Kesadahan total = jumlah mL ekuivalen (m_{ek}) Ca^{2+} + (m_{ek}) Mg^{2+}
- Kesadahan karbonat = jumlah HCO_3^- dalam air
jika m_{ek} total ($\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$) > m_{ek} total HCO_3^- , maka:
kesadahan karbonat = m_{ek} total HCO_3^- (alkalinitas).
- Kesadahan tetap = m_{ek} ($\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$) – m_{ek} HCO_3^-
- Kesadahan karbonat disebut juga kesadahan sementara, sedangkan kesadahan non-karbonat disebut kesadahan tetap.

Metode EDTA digunakan untuk menentukan kesadahan air minum, air permukaan, air laut, limbah rumah tangga, dan limbah industri. Prinsip metode ini ialah titrimetri yakni sampel air dititrasi dengan larutan natrium etilen diamintetrasetat (Na_2EDTA) yang mengandung indikator Eriochrome Black T. Na_2EDTA yang ditambahkan kedalam sampel akan berikatan dengan kation kalsium dan magnesium (logam pembentuk kesadahan) sebagai kompleks. Pada titik dimana Na_2EDTA akan mengkomplekskan semua kation kalsium dan magnesium termasuk kalsium dan magnesium yang semula berkompleks dengan indikator Eriochrome Black T (berwarna merah keunguan), kemudian larutan sampel uji akan berubah ke warna biru (warna indikator Eriochrome Black T yang tidak membentuk kompleks dengan kation pembentuk kesadahan), sebagai tanda titik ekuivalen telah tercapai. Titrasi ini dilakukan pada $\text{pH } 10,0 \pm 0,1$.

Beberapa ion logam dapat menyebabkan pudarnya warna atau sulit menentukan titik akhir. Gangguan ini dapat dikurangi dengan menambahkan inhibitor tertentu sebelum titrasi.

Tabel berikut menunjukkan hubungan pemakaian beberapa inhibitor dengan konsentrasi maksimum ion logam pengganggu yang masih diperbolehkan.

Tabel 4.1. Hubungan Pemakaian Beberapa Inhibitor Dengan Konsentrasi Maksimum Ion Logam Pengganggu

| Zat pengganggu | Konsentrasi Gangguan Maksimum, (mg/l) | | |
|----------------|---------------------------------------|--------------|---------------|
| | Inhibitor-I | Inhibitor-II | Inhibitor-III |
| Aluminium | 20 | 20 | 20 |
| Barium | b | b | b |
| Kadmium | b | 20 | b |
| Kobalt | lebih 20 | 0,3 | c |
| Tembaga | lebih 30 | 20 | 0,3 |
| Besi | lebih 30 | 5 | 20 |
| Timah hitam | b | 20 | b |
| Mn (II) | b | 1 | 1 |
| Nikel | lebih 20 | 0,3 | c |
| Stronsium | b | b | b |
| Seng | b | 200 | b |
| Polifosfat | - | 10 | - |

Keterangan :

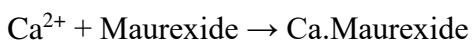
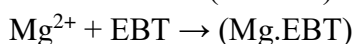
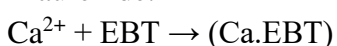
a = didasarkan pada 25 mL sampel diencerkan ke 50 mL

b = titrasi sebagai kesadahan

c = inhibitor gagal (tak berfungsi) jika zat ini ada.

4.1.2 Prinsip Penetapan

Etilen Diamin Tetra Asetat (EDTA) merupakan salah satu senyawa yang dapat bereaksi dengan kation logam membentuk senyawa kompleks kelat yang larut pada pH tertentu. Pada pH $10 \pm 0,1$, ion logam Ca^{2+} dan Mg^{2+} membentuk larutan berwarna merah keunguan dengan penambahan indikator Eriochrome Black T (EBT) atau Maurexide.



senyawa kompleks lemah
berwarna merah keunguan

Selanjutnya jika ditambahkan kembali EDTA sebagai titran, maka ion logam Ca^{2+} dan Mg^{2+} akan membentuk senyawa kompleks dengan EDTA yang ditandai dengan berubahnya warna larutan dari merah keunguan menjadi biru jika indikator yang ditambahkan adalah EBT, ataupun berubah menjadi ungu jika indikator yang ditambahkan adalah maurexide. Kondisi ini disebut titik akhir titrasi.



+ EBT warna biru

+ Maurexide warna ungu

Pada penetapan tersebut dapat diperoleh kesadahan total ($\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$) dalam sampel air yang dianalisis. Sementara untuk menentukan kesadahan parsial berupa ion logam Ca^{2+} saja, maka sampel air dikondisikan memiliki pH tinggi sekitar 12-13, sehingga ion logam Mg^{2+} akan mengendap sebagai magnesium hidroksida ($\text{Mg}(\text{OH})_2$). Pada titik akhir titrasi tersebut, indikator EBT akan bereaksi dengan ion logam Ca^{2+} membentuk larutan berwarna biru. Berikutnya dapat diperoleh pula kesadahan parsial berupa ion logam Mg^{2+} yaitu dengan menghitung selisih antara kesadahan total dengan kesadahan parsial ion logam Ca^{2+} sebagai CaCO_3 .

4.1.3 Peralatan

- a. Buret 50 mL
- b. Labu erlenmeyer 250 mL
- c. Labu ukur 250, 1000 mL
- d. Gelas ukur 100 mL
- e. Pipet volume 10, 50 mL
- f. Pipet ukur 10 mL
- g. Gelas piala 50, 250, 1000 mL
- h. pH meter
- i. Pengaduk kaca

4.1.4 Pereaksi

- a. Larutan Baku Dinatrium Etilen Diamin Tetra Asetat Dihidrat ($\text{Na}_2\text{EDTA}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0,01 M
 - Larutkan 3,723 g $\text{Na}_2\text{EDTA}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (p.a) dengan dengan air suling, kemudian pindahkan ke labu ukur 1000 mL.
 - Tambahkan air suling hingga tanda tera, lalu homogenkan.
 - Bakukan larutan EDTA dengan larutan standar ion Ca^{2+} .
- b. Larutan Baku Kalsium Karbonat (CaCO_3) 0,01 M (1,0 mg/mL)
 - Timbang 1,00 g CaCO_3 anhidrat dan masukkan ke dalam erlenmeyer.
 - Tambahkan sedikit demi sedikit HCl (1:1) hingga semua CaCO_3 larut.
 - Diamkan selama 12 jam, lalu saring.
 - Tambahkan 200 mL air suling dan didihkan sampai semua CO_2 habis, lalu dinginkan.
 - Setelah dingin, tambahkan beberapa tetes indikator metil merah dan atur warna larutan hingga menjadi merah jingga dengan menambahkan NH_4OH 3 N atau HCl (1:1).
 - Pindahkan larutan ini secara kuantitatif ke dalam labu ukur 1000 mL, kemudian tepatkan dengan air suling hingga tanda tera.
- c. Larutan Penyangga pH $10 \pm 0,1$
Cara 1:
 - Larutkan 16,9 g amonium klorida (NH_4Cl) dalam 143 mL amonium hidroksida (NH_4OH) pekat.

- Tambahkan 1,25 g magnesium etilen diamin tetra asetat (Mg-EDTA).
- Pindahkan larutan ke labu ukur 250 mL, lalu tambahkan air suling sampai tanda tera. Homogenkan.

Cara 2 (jika Mg-EDTA tidak tersedia):

- Larutkan 1,179 g $\text{Na}_2\text{EDTA}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan 780 mg $\text{MgSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ atau 644 mg $\text{MgCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 50 mL air suling.
- Tambahkan 16,9 g amonium klorida (NH_4Cl) dan 143 mL amonium hidroksida (NH_4OH) pekat sambil diaduk.
- Pindahkan larutan ke labu ukur 250 mL, lalu tambahkan air suling sampai tanda tera. Homogenkan.

Catatan: Simpan larutan pada wadah plastik atau gelas borosilikat tidak lebih dari 1 bulan.

d. NaOH 1 N

- Larutkan 4 g NaOH dengan 50 mL air suling.
- Pindahkan larutan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu tepatkan dengan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.

e. Indikator Eriochrome Black T (EBT)

0,5 g EBT dicampur dengan 100 g kristal natrium klorida (NaCl), lalu digerus sampai halus.

f. Indikator Maurexide

0,5 g maurexide dicampur dengan 100 g kristal natrium klorida (NaCl), lalu digerus sampai halus.

g. Larutan KCN 10%

- Timbang 10 g KCN, lalu larutkan dengan 50 mL air suling.
- Pindahkan larutan ke labu ukur 100 mL, lalu tepatkan dengan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.

-

4.1.5 Cara kerja

A. Pembakuan larutan Na_2EDTA 0,01 M

1. Dengan indikator EBT

- Pipet 10 mL larutan standard kalsium karbonat (CaCO_3) ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL.
- Tambahkan 40 mL air suling, 5 mL larutan penyangga pH 10, dan 50 mg indikator EBT. Larutan akan berubah warna menjadi merah keunguan.
- Titrasi dengan larutan Na_2EDTA 0,01 M sampai terjadi perubahan warna larutan dari merah keunguan menjadi biru.
- Catat volume Na_2EDTA yang digunakan.
- Ulangi titrasi tersebut 3 kali, kemudian dirata-ratakan volume Na_2EDTA yang digunakan.
- Hitung molaritas larutan baku Na_2EDTA dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$M_{\text{Na}_2\text{EDTA}} = \frac{M_{\text{CaCO}_3} \times V_{\text{CaCO}_3}}{V_{\text{Na}_2\text{EDTA}}}$$

Keterangan:

$M_{\text{Na}_2\text{EDTA}}$: molaritas larutan baku $M_{\text{Na}_2\text{EDTA}}$ (mmol/mL)
 $V_{\text{Na}_2\text{EDTA}}$: volume rata-rata larutan baku Na_2EDTA (mL)
 V_{CaCO_3} : volume larutan CaCO_3 yang digunakan (mL)
 M_{CaCO_3} : molaritas larutan CaCO_3 yang digunakan (mmol/mL)

2. Dengan indikator Maurexide
 - Pipet 10 mL larutan standard kalsium karbonat (CaCO_3) ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL.
 - Tambahkan 1 mL larutan penyangga pH 12 dan tambahkan 50 mg indikator Maurexide; larutan akan berwarna merah keunguan.
 - Titrasi dengan larutan Na_2EDTA 0,01 M sampai terjadi perubahan warna larutan dari merah keunguan menjadi ungu.
 - Catat volume Na_2EDTA yang digunakan.
 - Ulangi titrasi tersebut 3 kali, kemudian dirata-ratakan volume Na_2EDTA yang digunakan.
 - Hitung molaritas larutan baku Na_2EDTA dengan rumus sebagaimana dalam pembakuan menggunakan indikator EBT.

B. Perlakuan Pendahuluan

1. Untuk air minum, air, permukaan, air laut, dan air bersih tidak perlu perlakuan pendahuluan dan analisis dapat langsung dikerjakan seperti tahap C.
2. Untuk air limbah dan air tercemar berat, sampel harus dicerna terlebih dahulu seperti pencernaan sampel yang mengandung zat organik berkadar tinggi dan zat warna seperti dalam penentuan besi atau logam berat. Hasil pencernaan baru boleh dilanjutkan seperti tahap C.
3. Ketika penentuan kesadahan air yang keruh, sampel disaring dengan kertas saring.

C. Penetapan kesadahan total ($\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$)

1. Pipet 25 mL sampel air yang akan dianalisis ke dalam labu erlenmeyer 250 mL, lalu encerkan dengan air suling sampai volume 50 mL.
2. Tambahkan 1-2 mL larutan penyangga pH $10 \pm 0,1$.
3. Masukkan 50 mg indikator EBT.
4. Lakukan titrasi dengan larutan EDTA 0,01 M sampai terjadi perubahan warna merah anggur menjadi biru.
5. Catat volume EDTA yang digunakan. Ulangi titrasi tersebut 3 kali, kemudian dirata-ratakan volume EDTA yang digunakan.

Catatan:

- Proses titrasi dilakukan setelah 5 menit penambahan larutan penyangga pH $10 \pm 0,1$.
- Apabila larutan EDTA yang dibutuhkan untuk titrasi lebih dari 15 mL, maka larutan sampel uji harus diencerkan kembali dengan air suling.
- Untuk contoh uji dengan kadar kesadahan lebih kecil dari 5 mg/L, gunakan volume sampel uji yang lebih besar, yaitu sekitar 100-1000 mL. Gunakan larutan penyangga, indikator, dan inhibitor yang proporsional. Lakukan pengujian blanko dengan volume yang sama.

D. Penetapan Kesadahan Ca^{2+}

1. Masukkan 25 mL sampel air yang akan dianalisis ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL.
2. Tambahkan 1-2 mL larutan NaOH 0,1 N hingga larutan memiliki pH sekitar 12-13.
3. Apabila sampel air keruh, tambahkan 1 ml larutan KCN 10%.
4. Bubuhkan 50 mg indikator Mourexide.
5. Lakukan titrasi dengan larutan EDTA 0,01 M sampai terjadi perubahan warna merah keunguan menjadi ungu.
6. Catat volume EDTA yang digunakan. Ulangi titrasi tersebut 3 kali, kemudian dirata-ratakan volume EDTA yang digunakan.

4.1.6 Perhitungan

$$\text{Kesadahan total} \left(\frac{\text{mg CaCO}_3}{\text{L}} \right) = \frac{1000}{\text{mL sampel}} \times V_{\text{EDTA(a)}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{BM CaCO}_3$$

$$\text{Kesadahan Ca}^{2+} \left(\frac{\text{mg Ca}}{\text{L}} \right) = \frac{1000}{\text{mL sampel}} \times V_{\text{EDTA(b)}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{Ar Ca}$$

$$\text{Kesadahan Mg}^{2+} \left(\frac{\text{mg Mg}}{\text{L}} \right) = \frac{1000}{\text{mL sampel}} \times (V_{\text{EDTA(a)}} - V_{\text{EDTA(b)}}) \times M_{\text{EDTA}} \times \text{Ar Mg}$$

Keterangan :

- $V_{\text{EDTA(a)}}$: volume Na_2EDTA untuk titrasi kesadahan total (mL)
 $V_{\text{EDTA(b)}}$: volume Na_2EDTA untuk titrasi kesadahan karbonat (mL)
 M_{EDTA} : molaritas Na_2EDTA (M)
 BM CaCO_3 : bobot molekul CaCO_3 (100 g/mol)
 Ar Ca : bobot atom Ca (40 g/mol)
1000 : konversi mL ke liter

4.2 PENETAPAN ION KLORIDA (Cl^-)

4.2.1 Pembahasan Umum

Kandungan ion klorida dalam air sangat bervariasi dan berhubungan dengan kondisi alami daerah yang dilewati aliran air. Dalam air alam konsentrasi ion klorida rata-rata pada umumnya kurang dari 50 mg Cl^-/L , akan tetapi dalam keadaan tertentu, konsentrasi tersebut dapat sangat tinggi. Hal ini dapat disebabkan oleh :

1. pencemaran air limbah industri
2. intrusi atau infiltrasi air laut

Ion klorida tidak menimbulkan gangguan pada kesehatan manusia, kecuali menimbulkan rasa yang berbeda dalam air, yaitu rasa asin yang diakibatkan oleh senyawa NaCl. Standard WHO yang juga digunakan di Indonesia ditetapkan konsentrasi tertinggi dalam air minum dianjurkan adalah 200 mg Cl^-/L . Untuk daerah-

daerah tertentu seperti pantai, konsentrasi maksimum yang diijinkan adalah 600 mg Cl⁻/L.

Penetapan ion klorida dapat dilakukan dengan berbagai metode, yaitu antara lain :

- metode pengendapan
- metode volumetrik dengan Hg(NO₃)₂
- metode potensio-klorimetri-elektroda spesifik

Di antara berbagai metode tersebut yang paling sederhana adalah dengan metode pengendapan, salah satunya dengan metode titrasi **Argentometri** cara **Mohr**.

4.2.2 Prinsip penetapan

Ion klorida diendapkan sebagai AgCl pada kondisi netral ataupun sedikit basa, dengan menggunakan larutan perak nitrat (AgNO₃).



Penambahan kalium bikromat pada sampel air sebelum dititrasi berguna sebagai indikator, yaitu untuk memudahkan mengetahui titik akhir titrasi, yaitu ketika terbentuk endapan perak kromat yang berwarna merah bata. Pada kondisi tersebut semua ion klorida dalam sampel air sudah diendapkan sebagai AgCl, sehingga ion Ag⁺ akan bereaksi dengan ion CrO₄²⁻ membentuk endapan Ag₂CrO₄.



Penentuan klorida dengan metode argentometri ini hanya dapat digunakan untuk air yang relatif jernih, dengan kisaran kadar klorida sekitar 1,5-100 mg/L.

4.2.3 Peralatan

- a. Buret
- b. Labu erlenmeyer
- c. Labu ukur
- d. pH meter
- e. Pipet ukur
- f. Pipet volumetri
- g. Gelas piala
- h. Oven
- i. Timbangan analitik

4.2.4 Pereaksi

- a. Larutan AgNO₃ 0,0141 M (0,0141 N)
Larutkan 2,395 g AgNO₃ dalam labu ukur 1 L dengan menggunakan air suling. Simpan larutan ini dalam botol berwarna coklat dan diletakkan di tempat gelap. Larutan ini mempunyai kadar perak 500 µg Ag⁺/mL.
- b. Larutan standard NaCl 0,0141 M (0,0141 N)
 - Keringkan NaCl pada oven dengan suhu 140 °C selama 2 jam.
 - Timbang 0,824 g NaCl dengan air suling, lalu pindahkan ke labu ukur 1000 mL dan tepatkan hingga tanda tera. Homogenkan Larutan ini mempunyai kadar klorida 500 g Cl⁻/mL.
- c. Larutan Indikator K₂CrO₄ 5 %

- Larutkan 50 g K_2CrO_4 dengan air suling dengan sedikit air bebas mineral.
 - Tambahkan larutan $AgNO_3$ sampai jelas terbentuk endapan merah.
 - Pindahkan larutan ke dalam labu ukur 1000 mL, lalu tambahkan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.
- d. Suspensi Alumunium Hidroksida ($Al(OH)_3$)
- Larutkan 125 g alumunium kalium sulfat ($AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) atau alumunium amunium sulfat ($AlNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) dalam 1 liter air suling.
 - Panaskan sampai suhu larutan menjadi $60^\circ C$.
 - Tambahkan 55 mL NH_4OH pekat secara perlahan sambil diaduk.
 - Diamkan larutan selama 1 jam, lalu pindahkan ke dalam botol dan cuci endapannya dengan air suling berturut-turut dengan pengadukan dan dekantasi, sehingga diperoleh volume suspensi kurang lebih 1 liter.
- e. Larutan Asam Sulfat (H_2SO_4) 1 M
- Pipet 2,8 mL H_2SO_4 pekat 98% ($\rho \approx 1,8 \text{ g/mL}$) ke dalam labu ukur 100 mL yang sudah berisi 50 mL air suling, lalu tepatkan hingga tanda tera. Homogenkan.
- f. Larutan Natrium Hidroksida ($NaOH$) 1 M
- Larutkan 4 gram $NaOH$ dengan air suling hingga volumenya 100 mL.
- g. Hidrogen Peroksida 30%

4.2.5 Cara Kerja

A. Pembakuan larutan $AgNO_3$ 0,0141 N

- a. Pipet 10 ml larutan standard $NaCl$ 0,0141 N ke dalam labu erlenmeyer 250 mL.
- b. Teteskan 1 mL larutan K_2CrO_4 5 % .
- c. Lakukan titrasi dengan larutan $AgNO_3$ 0,0141 N sambil dikocok hingga terbentuk endapan Ag_2CrO_4 berwarna merah bata, lalu catat volume $AgNO_3$ yang digunakan
- d. Ulangi langkah-langkah diatas menggunakan air suling sebagai larutan blanko lalu catat pula volume $AgNO_3$ yang digunakan.
- e. Hitung normalitas $AgNO_3$ dengan menggunakan rumus:

$$N_{AgNO_3} = \frac{V_{NaCl} \times N_{NaCl}}{(V_A - V_B)}$$

Keterangan:

N_{AgNO_3} : normalitas $AgNO_3$ (N)

V_{NaCl} : volume $NaCl$ yang digunakan dalam titrasi (mL)

N_{NaCl} : normalitas $NaCl$ (N)

V_A : volume $AgNO_3$ untuk titrasi larutan $NaCl$ (mL)

V_B : volume $AgNO_3$ untuk titrasi larutan blanko (mL)

B. Persiapan Sampel Uji

- Apabila larutan sampel uji berwarna pekat, tambahkan 3 mL $Al(OH)_3$ pada setiap 100 mL larutan sampel uji. Aduk, diamkan, kemudian saring.
- Apabila larutan sampel uji mengandung sulfida, sulfit, atau tiosulfat; tambahkan 1 mL H_2O_2 30% setiap 100 mL larutan sampel, lalu aduk selama 1 menit.
- Atur pH larutan sampel uji pada kisaran pH 7-10 dengan larutan H_2SO_4 1 M atau $NaOH$ 1 M.

C. Penetapan Klorida

- Pipet 100 mL sampel air yang akan dianalisis ke dalam labu erlenmeyer 250 mL.
- Tambahkan 1 mL K_2CrO_4 5 %.
- Titration dengan larutan $AgNO_3$ 0,0141 N sampai tepat terbentuk endapan berwarna merah bata yang permanen, lalu catat volume $AgNO_3$ yang digunakan.
- Ulangi langkah-langkah diatas menggunakan air suling sebagai larutan blanko lalu catat pula volume $AgNO_3$ yang digunakan.

4.2.6. Perhitungan

Kadar klorida dalam sampel dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{mg/L Cl}^- = \frac{(V_A - V_B) \times N_{AgNO_3} \times 35,45 \times 1000}{\text{mL sampel}}$$

Keterangan:

- V_A : volume $AgNO_3$ untuk titrasi larutan sampel uji (mL)
 V_B : volume $AgNO_3$ untuk titrasi larutan blanko (mL)
 N_{AgNO_3} : normalitas $AgNO_3$ (N)
35.45 : berat equivalen Cl^-
1000 : konversi mL ke liter

4.3 PENETAPAN SISA KLOR

4.3.1 Metode Kalorimeter

Metode yang digunakan ialah metode kolorimetri dengan *Syringaldazine* (3,5-diametoksin 4-hidroksi kenzaldehida) dalam 2-propanol sebagai pereaksi, metode ini disebut FACTS.

a. Prinsip penetapan

Syryngaldazine dioksidasi oleh klor bebas dengan dasar 1:1 molar, terbentuk senyawa yang berwarna pada panjang gelombang maksimum 530 nm. Kelarutan zat berwarna yang dihasilkan dalam air sangat kecil, oleh karena itu pada konsentrasi klor lebih besar dari 1 mg/l perlu ditambahkan 2-propanol untuk mencegah timbul optimal demikian pula kelarutannya, maka pH 6,5-6,8 adalah yang terbaik, dan untuk itu perlu larutan penyangga. Gangguan yang diakibatkan oleh adanya mono -, di -, trikloramine dan juga mangan pada metode ini dapat diperkecil.

Kadar minimum yang terdeteksi oleh metode FACTS ini adalah $\leq 0,1$ mg/l.

b. Pereaksi

- Indikator Syringladazin
Larutan 3,5-dimetoksi 4-hidroksi benzaldehida dalam 2-propanol 1 L.
- 1-propanol
- Larutan penyangga
 - Larutan KH_2PO_4 sebanyak 17,01 g dalam air 250 ml, pH = 4,4
 - Larutan Na_2HPO_4 sebanyak 17,75 g dalam air 250 ml, pH = 9,9
 - Campur kedua larutan untuk memperoleh penyangga FACTS, dengan pH= 6,6.
- Larutan hipoklorit

Larutan hipoklorit (kaporit) yang mengandung 30.000-50.000 mgCl/L dan encerkan menjadi 100-1000 mg/L

5. Pembakuan larutan hipoklorit

Buat larutan hipoklorit dari 0,05-4 mg/l dengan mengencerkan larutan 100 mg/l, lalu bakukan sebagai berikut :

- Ambil 2 ml asam asetat dan masukkan ke dalam gelas erlenmeyer, kemudian tambahkan 10-25 ml akuades bebas klor.
- Ke dalam gelas tambahkan sampel dengan volume tertentu (1 ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025 N ekuivalen dengan 0,9 mg klor).
- Titrasi sampel dengan campuran di atas dengan standard $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025 N sampai timbul warna kuning dari Iod.
- Tambahkan beberapa tetes indikator kanji dan titrasi sampai warna biru hilang.
- Dengan cara yang sama lakukan titrasi blanko dengan jumlah KI dan air bebas klor yang sama.

c. Cara kerja

Buat kurva kalibrasi dari larutan untuk klorin yang dikenakan perlakuan sama dengan sampel, sebagai berikut :

- Ambil 3 ml sampel dan tambahkan 0,1 ml larutan penyangga, masukkan dalam tabung reaksi 5 ml.
- Tambahkan 1 ml indikator *Syringaldazin*
- Tutup tabung, bolak-balikkan agar tercampur
- Ukur absoransi pada 530 nm.

d. Perhitungan

$$\text{mg Cl/ml} = \frac{(A + B) \times N \times 35.45}{\text{ml sampel}}$$

dimana :

N : normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

A : ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ untuk sampel

B : ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ untuk blanko

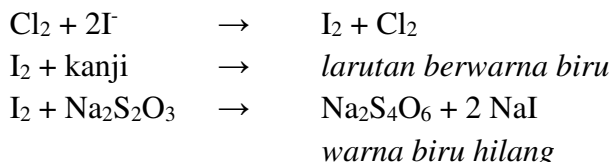
4.3.2 Metode Larutan Kanji-Iodida (Strach-Iodide)

a. Prinsip Penetapan

Sisa klor hasil proses klorinasi pada air berbahaya bagi kesehatan manusia karena bersifat karsinogenik. Sisa klor terbagi dalam 2 bentuk, yaitu klor bebas dan klor terikat. Klor bebas merupakan klor yang dilarutkan pada air, sementara klor terikat adalah klor yang diikat secara alamiah dalam air. Salah satu metode yang digunakan untuk penetapan sisa klor adalah Iodometri.

Metode iodometri didasarkan pada klor yang akan mengoksidasi ion iodin (I) menjadi iodida (I_2). Dengan penambahan indikator kanji, I_2 akan menghasilkan warna biru pada larutan. Selanjutnya I_2 yang terbentuk dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). Titik akhir titrasi ditandai dengan hilangnya warna biru dari larutan.

Reaksi yang terjadi:



b. Pereaksi

1. Larutan Alkali Iodida (KI + NaOH)
Larutkan 50 g NaOH dan 13,5 g KI dalam 100 mL air suling.
2. Larutan Standar Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,025 N
 - Larutkan 6,205 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan 200 mL air suling yang sudah dididihkan. Dinginkan.
 - Pindahkan larutan ke labu ukur 1000 mL, lalu tambahkan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.
 - Diamkan 1 hari sebelum dilakukan pembakuan.
3. Larutan $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ 0,002 N
Larutkan 0,812 g $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ dalam 1000 mL air suling.
4. Larutan Kanji
 - Larutkan 0,4 g kanji dan 0,002 g HgI_2 dengan air suling hingga volumenya 200 mL.
 - Panaskan larutan hingga jernih. Dinginkan.

c. Cara Kerja

1. Pembakuan Larutan Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,025 N
 - Pipet 25 mL larutan $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ ke dalam labu erlenmeyer.
 - Tambahkan 1 g KI dan 10 mL asam sulfat (1:9), lalu tambahkan air suling sampai volume keseluruhannya 200 mL.
 - Titrasi segera dengan larutan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) hingga larutan berwarna kuning muda.
 - Kemudian tambahkan indikator kanji, sehingga larutan menjadi berwarna biru.
 - Lakukan titrasi kembali hingga warna biru larutan tepat hilang. Catat volume larutan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) yang digunakan.
 - Hitung normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ menggunakan rumus:

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{V_{\text{KH}(\text{IO}_3)_2} \times N_{\text{KH}(\text{IO}_3)_2}}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}$$

2. Penetapan Sisa Klor
 - Pipet 100 mL sampel air ke dalam labu erlenmeyer.
 - Tambahkan 1 ml larutan alkali iodida (KI+ NaOH) dan 1 mL larutan kanji. Larutan akan menjadi berwarna biru.
 - Titrasi dengan larutan natrium tiosulfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025 N sampai warna biru larutan tepat hilang. Catat volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang digunakan.

d. Perhitungan

$$\text{Sisa Klor (mg/L)} = \frac{(V \times N)_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times 1000 \times 35,45}{\text{mL sampel}}$$

Keterangan:

1000 : konversi mL ke L

35,45 : BE Cl⁻

BAB V

PENETAPAN SENYAWA NITROGEN: AMONIUM, NITRIT, NITRAT, dan N-TOTAL

5.1 PENDAHULUAN

Senyawa nitrogen dalam air berada dalam bentuk garam-garam amonium, nitrit, nitrat dan senyawa organik. Dalam buku petunjuk praktikum ini akan diuraikan penetapan senyawa nitrogen dalam bentuk : Amonium (NH_4^+), Nitrit (NO_2^-), Nitrat (NO_3^-), dan N-Total dengan Kjeldahl.

5.2 PENETAPAN AMONIUM (NH_4^+)

5.2.1 PENETAPAN AMONIA DENGAN METODE FENAT

1) Prinsip

Amonia bereaksi dengan hipoklorit dan fenol yang dikatalisis oleh natrium nitroprusida membentuk senyawa fenol.

2) Pereaksi

a. Amonium klorida (NH_4Cl)

b. Larutan Fenol

Masukkan 11,1 mL fenol yang dicairkan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu tambahkan etanol 95% hingga tanda tera. Homogenkan.

Cat: Larutan ini harus disiapkan setiap minggu.

c. Natrium Nitroprusida ($\text{C}_5\text{FeN}_6\text{Na}_2\text{O}$) 0,5 %

Larutkan 0,5 g natrium nitroprusida dalam 100 mL air suling. Homogenkan.

Cat: Larutan ini tahan hingga 1 bulan apabila disimpan dalam botol gelap.

d. Larutan Alkalin Sitrat ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$)

Larutkan 200 g trinitrat dan 10 g NaOH, masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, tepatkan dengan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.

e. Natrium Hipoklorit (NaClO) 5%

f. Larutan Pengoksidasi

Campurkan 100 mL larutan alkalin sitrat dengan 25 mL natrium hipoklorit.

g. Larutan Baku Amonia 100 mg/L

Larutkan 0,3819 g NH_4Cl yang telah dikeringkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Tambahkan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.

h. Larutan Baku Amonia 10 mg/L

Pipet 10 mL larutan baku amonia 100 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, tambahkan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.

3) Cara Kerja

a. Pembuatan Kurva Kalibrasi

- Pipet 0, 1, 2, 3, 5 mL larutan baku amonia 10 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL. Tambahkan air suling hingga tanda tera. Maka diperoleh larutan standar dengan kadar 0; 0,1; 0,2; 0,3 dan 0,5 mg/L.

- Pipet masing-masing larutan standar sebanyak 25 mL ke dalam erlenmeyer.

- Tambahkan 1 mL larutan fenol. Homogenkan.
- Tambahkan 1 mL larutan nitroprusida. Homogenkan.
- Tambahkan 2,5 mL larutan pengoksidasi. Homogenkan.
- Tutup erlenmeyer dengan alumunium foil. Diamkan selama 1 jam untuk mendapatkan pembentuk warna yang sempurna.
- Ukur absorbansi larutan standar dengan spektrofotometer uv-vis pada panjang gelombang 640 nm.
- Buat kurva kalibrasi dengan mengulurkan konsentrasi larutan standar dan absorbansinya. Tentukan persamaan garis lurusnya.

b. Penetapan Amonia Metode Fenat

- Pipet 25 mL larutan sampel ke dalam erlenmeyer.
- Tambahkan 1 mL larutan fenol. Homogenkan.
- Tambahkan 1 mL larutan nitroprusida. Homogenkan.
- Tambahkan 2,5 mL larutan pengoksidasi. Homogenkan.
- Tutup erlenmeyer dengan alumunium foil. Diamkan selama 1 jam untuk mendapatkan pembentuk warna yang sempurna.
- Ukur absorbansi sampel dengan spektrofotometer uv-vis pada panjang gelombang 640 nm.
- Tentukan konsentrasi amonia pada sampel.

5.2 PENETAPAN NITRIT (NO₂⁻)

5.2.1 Prinsip

Penentuan nitrit didasarkan pada pembentukan senyawa azo yang berwarna merah keunguan. Senyawa tersebut terbentuk pada pH 2,0-2,5 melalui reaksi *kopling* antara senyawa sulfanilamid dan N-(1-naftil)-etilen diamin dihidroklorida. Warna yang terbentuk diukur absorbansinya secara spektrofotometri pada panjang gelombang maksimum 543 nm.

5.2.2 Peralatan

- spektrofotometer sinar tunggal atau sinar ganda yang mempunyai kisaran panjanggelombang 190 nm-900 nm dan lebar celah 0,2 nm - 2 nm serta telah dikalibrasi;
- pemanas listrik yang dilengkapi dengan pengatur suhu;
- pipet mikro ukuran 0,25; 0,50 dan 1,00 ml, terkalibrasi;
- buret 50 ml, terkalibrasi;
- labu ukur 100 ml dan 1000 ml, terkalibrasi;
- gelas ukur 50 ml;
- pipet ukur 10 ml dan 50 ml, terkalibrasi;
- labu erlenmeyer 100 ml;
- gelas piala 500 ml.

5.2.3 Pereaksi

- Larutan baku 250 mg NO₂ - N/l;

Larutkan 1,232 g natrium nitrit, NaNO_2 , dengan air suling 100 ml di dalam labu ukur 1000 ml. Tambahkan 1 ml kloroform sebagai pengawet dan tambahkan air suling sampai tepat pada tanda garis.

- Larutan asam sulfanilat;

Larutkan 5,0 g sulfanilamid dengan campuran 50 mL HCl pekat dan 300 ml air suling di dalam gelas piala 500 ml. Encerkan dengan air suling sehingga volumenya menjadi 500 ml

- Larutan naftil etilendiamin dihidroklorida;

Larutkan 500 mg N-(1-naftil etilendiamin dihidroklorida) dengan 100 ml air suling di dalam gelas piala 500 ml. Encerkan dengan air suling sehingga volumenya menjadi 500 ml, simpan di dalam botol berwarna gelap dan larutan ini harus diganti setiap bulan atau bila warna larutan menjadi coklat tua.

- Larutan asam klorida, HCl, 1 : 3;

Tambahkan 50 ml HCl pekat ke dalam gelas piala 250 ml yang berisi 150 ml air suling.

- Larutan natrium oksalat, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 0,05 N;

Larutkan 3,350 g kristal natrium oksalat dengan 100 ml air suling di dalam labu ukur 1000 ml. Tambahkan air suling sampai tepat pada tanda garis.

- Larutan fero amonium sulfat;

Larutkan 19,607 g fero amonium sulfat dan 20 ml asam sulfat pekat ke dalam labu ukur 1000 ml yang berisi 100 ml air suling. Tambahkan air suling sampai tepat pada tanda garis.

- Larutan standar kalium permanganat 0,05 N;

Larutkan 8,0 g KMnO_4 dalam 1 l air suling, simpan dalam botol berwarna coklat biarkan selama 7 hari.

- Tetapkan molaritas KMnO_4 dengan cara

Timbang 100 sampai 200 mg $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, anhidrat ke dalam gelas piala tambahkan 100 ml air suling aduk sampai larut, tambahkan 10 ml H_2SO_4 1 : 1, panaskan gelas piala pada suhu 90°C sampai 95°C . Segera titar dengan KMnO_4 yang akan ditetapkan sampai terjadi warna merah jambu terang. Pada waktu penitaran, pertahankan suhu pada 85°C . Jika perlu panaskan gelas piala selama penitaran. Kerjakan penetapan blanko seperti di atas dengan memakai air suling dan H_2SO_4 1:1.

Perhitungan:

$$\text{Molaritas } \text{KMnO}_4 = \frac{g \times \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{(A - B) \times 0,33505}$$

keterangan:

A : volume larutan KMnO_4 yang digunakan untuk titrasi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (ml);

B : volume larutan KMnO_4 yang digunakan untuk titrasi blanko (ml).

- Air suling bebas nitrit;

Masukkan satu butir kristal kecil kalium permanganat dan barium hidroksida atau kalsium hidroksida ke dalam labu penyuling 1000 ml yang berisi 500 ml

air suling. Lakukan penyulingan dan buang 50 ml air suling yang pertama dan tampung air yang berikutnya.

5.2.4 Cara kerja

- a. Penetapan kadar larutan baku nitrit;
Pipet 50 ml larutan baku nitrit, 50 ml larutan KMnO_4 0,05 M, dan 5 ml H_2SO_4 p.a dan masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 ml. Kocok dan panaskan di atas pemanas listrik pada suhu $70^\circ\text{C} - 80^\circ\text{C}$, hilangkan warna KMnO_4 dengan penambahan 10 ml larutan natrium oksalat 0,05 M. Titrasi kelebihan natrium oksalat dengan larutan kalium permanganat 0,05 M sampai terbentuk sedikit warna merah muda dan catat pemakaian larutan kalium permanganat yang diperlukan. Lakukan hal yang sama terhadap air suling bebas nitrit yaitu langkah seperti cara diatas dengan mengganti larutan baku dengan air suling. Bila pembakuan dilakukan dengan larutan ferro-amonium-sulfat menggantikan natrium oksalat, maka tidak dilakukan pemanasan akan tetapi proses reaksi antara kalium permanganat dan ferro amonium sulfat dibiarkan selama 5 menit sebelum dititrasi dengan kalium permanganat.
Perhitungan kadar nitrit dalam larutan induk adalah sebagai berikut:

$$A = \frac{\{(BxC) - (DxE)\}x 7}{F}$$

dengan keterangan:

A_2 adalah mg $\text{NO}^- \text{N/ml}$ dalam larutan induk NaNO_2 ;

B adalah volume KMnO_4 yang digunakan (ml);

C adalah normalitas larutan KMnO_4 ;

D adalah volume ferro amonium sulfat atau natrium oksalat yang ditambahkan (ml);

E adalah normalitas larutan ferro amonium sulfat atau natrium oksalat;

F adalah volume larutan baku NaNO_7 yang digunakan untuk titrasi(m.l).

- b. Pembuatan larutan standar baku nitrit, $\text{NO}_2\text{-N}$;
Pipet larutan induk nitrit yang telah ditetapkan kadarnya ke dalam labu ukur 100 ml untuk memperoleh kadar nitrit sebesar 0,05; 0,10; 0,25; dan 0,50 mg/l. Tambahkan air suling bebas nitrit sampai tepat pada tanda tera
- c. Pipet 50 ml contoh ke dalam labu Erlenmeyer 100 ml;
- d. Ke dalam larutan standar dan contoh tambahkan 1 ml asam sulfanilat. Biarkan larutan tersebut bereaksi selama 2-8 menit. Tambahkan 1 ml larutan naftil etilendiamin dihidroklorida, aduk dan biarkan paling sedikit 10 menit, tetapi tidak lebih dari 2 jam. Masukkan ke dalam kuvet spektrofotometer dan absorbennya.

5.2.6 Perhitungan

Hitung kadar $\text{NO}_2\text{-N}$ dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

5.3 PENETAPAN NITRAT (NO_3^-)

5.3.1 Prinsip

Penambahan sejumlah larutan asam klorida ke dalam larutan yang mengandung ion nitrat menyebabkan perubahan pada spektrum absorben nitrat yang dapat diukur dengan Spektro- fotometer ultraviolet pada panjang gelombang 220 nm dan 275 nm.

5.3.2 Peralatan

- spektrofotometer sinar tunggal atau sinar ganda yang mempunyai kisaran panjang gelombang 190 nm-900 nm dan lebar celah 0,2 nm - 2 nm serta telah dikalibrasi;
- pipet volume 50 ml, terkalibrasi;
- labu ukur 50 ml, terkalibrasi;
- pipet ukur 10 ml, terkalibrasi.

5.3.3 Pereaksi

- Air bebas nitrat;
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Larutan intermediet;
Panaskan serbuk kalium nitrat, KNO_3 dalam oven pada suhu 105°C selama 24 jam. Larutkan 0,7218 g dalam air suling bebas nitrat encerkan hingga 1000 ml. 1 ml = 100 $\mu\text{g NO}_3 - \text{N}$. Pengawetan: tambahkan 2 ml CHCl_3 , larutan ini stabil selama 6 bulan.
- Larutan baku nitrat;
Encerkan 100 ml larutan baku nitrat menjadi 1000 ml dengan air suling. 1 ml = 10 $\mu\text{g NO}_3 - \text{N}$. Pengawetan: tambahkan 2ml CHCl_3 , larutan ini stabil selama 6 bulan.
- Larutan HCl 1N.

5.3.4 Cara kerja

- a) Pembuatan kurva kalibrasi
Buat larutan standar kalibrasi nitrat dengan kepekatan 1; 2; 3; 4; dan 5 mg $\text{NO}_3\text{-N/l}$ dengan cara pipet masing-masing 5; 10; 15; 20; dan 25 ml larutan baku nitrat ke dalam labu ukur 50 ml. Impitkan volumenya sampai tanda tera dengan air suling bebas nitrat;
- b) Pipet contoh 50 ml dan masukkan ke dalam Erlenmeyer 100 ml;
- c) Tambahkan 1 ml HCl 1 N ke dalam larutan standar dan contoh;
- d) Periksa contoh dan standar pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 220 nm dan 275 nm

5.3.5 Perhitungan

- a) Kurangi pembacaan absorben standar dan contoh dari panjang gelombang 220 nm dengan panjang gelombang 275 nm.
- b) Buatlah kurva kalibrasi konsentrasi dan absorben standar hasil pengurangan.
- c) Hitung konsentrasi contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier. Dari hasil pengurangan absorben pada panjang gelombang 220 nm dan 275 nm.

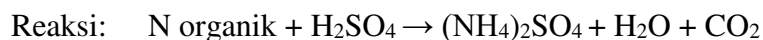
5.4 PENETAPAN TOTAL KJELDAHL UNTUK MENGHITUNG N-TOTAL

5.4.1 Metode Penetapan

Metode Kjeldahl merupakan penetapan untuk mengetahui kandungan nitrogen total yaitu total dari nitrogen organik dan nitrogen sebagai amonia dalam suatu sampel. Metode Kjeldahl ini terdiri dari 3 (tiga) reaksi utama, yaitu: destruksi, destilasi dan titrasi.

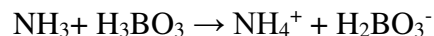
a. Destruksi

Pada tahap destruksi, asam sulfat (H_2SO_4) akan mengoksidasi N organik menjadi amonium sulfat ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$), H_2O dan CO_2 . Untuk mempercepat destruksi ditambahkan kalium sulfat (K_2SO_4) sebagai katalis dan tembaga sulfat (CuSO_4) sebagai indikator.



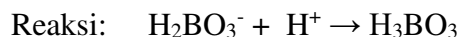
b. Destilasi

Amonium sulfat ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) yang dihasilkan pada tahap destruksi kemudian dipecah menjadi amonia (NH_3) dengan penambahan NaOH dan pemanasan. Selanjutnya amonia akan ditangkap oleh asam borat (H_3BO_3).



c. Titrasi

Sisa asam borat yang tidak bereaksi dengan amonia selanjutnya dititrasi dengan larutan standar asam. Selisih jumlah titrasi sampel dan blanko akan menggambarkan jumlah ekivalen nitrogen dalam sampel.



5.4.2 Pereaksi

a. Larutan Pencerna

- Larutkan 134 g K_2SO_4 dan 7,3 g CuSO_4 dalam 800 mL air suling, lalu tambahkan 134 mL asam sulfat (H_2SO_4) dengan hati-hati. Dinginkan.
- Pindahkan larutan ke labu ukur 1000 mL, lalu tepatkan dengan air suling hingga tanda tera.

b. Larutan Penyangga Borat

Larutkan 5 g natrium tetraborat anhidrat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) atau 9,5 g natrium tetraborat dekahidrat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) dengan air suling hingga volumenya tepat 1000 mL.

c. Indikator Campuran

- Larutkan 200 mg indikator metil red dalam 100 mL 95 % etanol .
 - Larutkan 100 mg metilen blue dalam 50 mL 95 % etanol.
 - Campurkan kedua larutan di atas, homogenkan.
- d. Larutan NaOH – Na₂S₂O₃
Larutkan 500 g NaOH dan 25 g Na₂S₂O₃.5H₂O dengan air suling hingga volumenya tepat 100 mL.
- e. Larutan induk H₂SO₄ 0.1 N
Pipet 2,8 mL H₂SO₄ 98% ($\rho = 1,8 \text{ g/mL}$) ke dalam labu ukur 1000 mL, lalu tepatkan dengan air suling hingga tanda tera.
- f. Larutan H₂SO₄ 0.02 N
Pipet 200 mL larutan induk H₂SO₄ lalu encerkan hingga 1 L.

5.5.4 Cara Kerja

a. Destruksi

- Masukkan sampel air dalam labu kjeldahl, lalu encerkan hingga volumenya menjadi 100 mL. Banyaknya volume sampel air yang dimasukkan didasarkan pada perhitungan berikut:

| Nitrogen Organik dalam Sampel (mg/L) | Volume Sampel (mL) |
|--------------------------------------|--------------------|
| 4 – 40 | 50 |
| 8 – 80 | 25 |
| 20 – 200 | 10 |
| 40 – 400 | 5 |

Sumber: American Public Health Federation, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 1999.

- Tambahkan 10 mL larutan pencerna, dan masukkan 3-4 butir batu didih untuk meratakan pemanasan sehingga mencegah terjadinya *bumping*.
- Panaskan dalam lemari asam dengan alat pemanas sampai sedikit di atas titik didih asam sulfat (350°C).
Pada awalnya ketika suhu masih rendah, sebagian besar airnya akan menguap. Selanjutnya pada saat suhu semakin tinggi, asam sulfat (H₂SO₄) mulai mendidih dan menghasilkan SO₂ berupa gas berwarna putih. Pemanasan terus dilanjutkan hingga residu yang tersisa sekitar 30 mL dan berwarna bening.
- Dinginkan untuk dilanjutkan dengan tahap destilasi.

b. Destilasi

- Pindahkan residu hasil destruksi, lalu encerkan hingga volumenya menjadi 100 mL.
- Tambahkan 10 mL larutan NaOH - Na₂S₂O₃ hingga menjadi basa, ditandai dengan terbentuknya warna merah muda seulas.
- Lakukan proses destilasi sampai diperoleh 30 - 40 mL destilat berwarna hijau. Destilat ditampung dalam labu erlenmeyer yang telah berisi 10 mL larutan penyangga borat.

c. Titrasi

- Tambahkan 3 - 4 indikator campuran ke dalam labu erlenmeyer yang berisi destilat.
- Lakukan titrasi dengan larutan standar asam sulfat (H_2SO_4) 0.02 N hingga larutan berubah warna menjadi merah. Catat volume H_2SO_4 yang digunakan.
- Lakukan titrasi terhadap asam borat sebagai blanko.

4.5.4 Perhitungan

$$\text{Kadar N (mg/L)} = (A - B) \times N_{H_2SO_4} \times 14 \times \frac{1000}{\text{mL sampel}} \times fp$$

keterangan :

- A : volume H_2SO_4 0,02 N untuk titrasi sampel (mL)
- B : volume H_2SO_4 0,02 N untuk titrasi sampel (mL)
- 14 : massa relatif atom nitrogen
- 1000 : konversi mL ke L

Atau

$$\% N = \frac{V_{H_2SO_4} \times N_{H_2SO_4} \times Ar N \times fp}{\text{mg sampel}} \times 100$$

BAB VI

PENETAPAN SULFAT DAN FOSFAT

6.1 PENETAPAN SULFAT

6.1.1 Prinsip

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

6.1.2 Peralatan

- Spektrofotometer sinar tunggal atau sinar ganda yang mempunyai kisaran panjanggelombang 190 nm - 900 nm dan lebar celah 0,2 nm - 2 nm serta telah dikalibrasi;
- Pengaduk magnet yang dilengkapi pengatur kecepatan putar tetap;
- Sendok kristal, 2 g – 3 g;
- Pipet ukur 5 mL; 10 mL; 20 mL; 25 mL dan 50 mL, terkalibrasi;
- Labu ukur 200 mL dan 1 000 mL, terkalibrasi;
- Labu erlenmeyer 125 mL;
- Gelas piala 600 mL.

6.1.3 Pereaksi

- Larutan bufer A;
Larutkan 30 g magnesium klorida $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 5 g natrium asetat, $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$; 1,0 g kalium nitrat, KNO_3 ; dan 20 mL asam asetat, CH_3COOH (99 %) dalam 500 mL air suling dan jadikan 1 000 mL dengan air suling.
- Larutan bufer B (dipakai bila konsentrasi sulfat SO_4 dalam contoh kurang dari 10 mg/L); Larutkan 30 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 5 g $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$; 1,0 g KNO_3 ; 0,111 g natrium sulfat. Na_2SO_4 dan 20 mL asam asetat (99 %) dalam 500 mL air suling dan jadikan 1 000 mL.
- Kristal barium klorida, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kristal 20 mesh - 30 mesh ; dalam standardisasi,kekeruhan merata akan dihasilkan dalam kisaran mesh ini dan buffer yang sesuai;
- Larutan baku sulfat 100 mg/L ;
Larutkan 0,147 9 g Na_2SO_4 anhidrat dengan air suling dalam labu ukur 1 000 mL dan tepatkan sampai tanda garis.Larutan standar sulfat 1,00 mL = 100 μg SO_4^{2-}
Encerkan 10,4 mL standar titran H_2SO_4 0,020 0 N yang tercantum dalam alkalinitas menjadi 100 mL dengan air suling atau Larutkan 0,147 9 g Na_2SO_4

anhidrat dengan air suling dalam labu ukur 1 000 mL dan tepatkan sampai tanda garis.

- Air Suling yang mempunyai DHL 0,5 $\mu\text{mhos/cm}$ - 2 $\mu\text{mhos/cm}$

6.1.4 Cara kerja

Pembentukan kekeruhan barium sulfat :

- a) Ukur dengan teliti 100 mL contoh atau bagian yang dijadikan 100 mL ke dalam erlenmeyer 250 mL;
- b) Tambah 20 mL larutan bufer, aduk dengan alat pengaduk, sambil diaduk tambahkan 1 sendok spatula $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Mulai hitung waktu pengadukan selama 60 ± 2 detik pada kecepatan tetap;
- c) Siapkan kurva standar dengan konsentrasi 0 mg/L - 40 mg/L dengan jarak standar 5 mg/L;
- d) Koreksi untuk contoh berwarna dan keruh dengan menyiapkan blanko tanpa penambahan BaCl_2 .

6.1.5 Perhitungan

$$\text{mg } \text{SO}_4^{2-} / \text{L} = \frac{\text{mg } \text{SO}_4^{2-} \times 1000}{\text{ml contoh}}$$

Jika dipakai larutan bufer A tetapkan konsentrasi sulfat dalam contoh langsung dari kurva kalibrasi setelah mengurangi absorbansi contoh sebelum ditambah BaCl_2 /setelah absorbansi contoh dikurangi absorbansi contoh sebelum penambahan BaCl_2 . Jika dipakai larutan bufer B kurangi konsentrasi sulfat dalam contoh dengan konsentrasi sulfat dalam blanko .

Jika dipakai larutan bufer B kurangi konsentrasi blanko dari konsentrasi SO_4^{2-} yang jelas sebagaimana ditentukan di atas; karena kurva kalibrasi bukan garis yang lurus, sehingga tidak setara jika mengurangi absorbansi blanko dari absorbansi contoh.

Jika dipakai larutan bufer A tetapkan konsentrasi sulfat dalam contoh langsung dari kurva kalibrasi setelah absorbansi contoh dikurangi absorbansi contoh sebelum penambahan BaCl_2 . Jika dipakai larutan bufer B kurangi konsentrasi sulfat dalam contoh dengan konsentrasi sulfat dalam blanko.

6.2 PENETAPAN FOSFAT

6.2.1 Pendahuluan

Keberadaan unsur fosfor di perairan tidak ditemui dalam bentuk bebas sebagai unsur, melainkan dalam bentuk senyawa anorganik yang terlarut yaitu ortofosfat (H_3PO_4 , H_2PO_4^- , HPO_4^{2-} , PO_4^{3-}) dan polifosfat), serta senyawa fosfat organik. Ortofosfat umumnya berasal dari pupuk yang masuk ke perairan melalui aliran air hujan ataupun *drainase* pertanian. Polifosfat biasanya hadir dalam perairan berasal dari air limbah domestik (detergen) maupun industri yang mengandung fosfat.

Sementara fosfat organik terdapat pada air limbah industri ataupun terdapat dalam lumpur. Fosfat organik dapat pula berasal dari ortofosfat yang terlarut melalui proses biologi bakteri ataupun tumbuhan.

Kelebihan fosfat dalam air akan menyebabkan alga dan tumbuhan air (teratai, eceng gondok) di dalamnya menjadi lebih subur. Kondisi ini disebut sebagai *eutrifikasi* atau *blooming algae*. Pertumbuhan alga dan tumbuhan air yang cepat dapat menurunkan kandungan oksigen terlarut dan menghalangi masuknya matahari, sehingga membahayakan bagi organisme yang hidup di perairan.

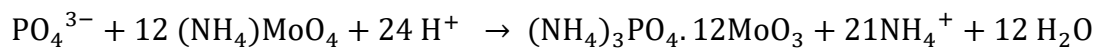
6.2.2 PENETAPAN ORTOFOSFAT

a. Metode Penetapan

Penetapan ortofosfat dilakukan dengan metode kolorimetri/spektrofotometri. Penetapan ini juga sering disebut metode asam askorbat dikarenakan menggunakan senyawa asam askorbat sebagai pereduksi sehingga menghasilkan warna biru pada kompleks antimon-fosfomolibdat yang diukur serapannya.

b. Prinsip Penetapan

Amonium molibdat dan kalium antimontartat bereaksi dengan ortofosfat dalam suasana asam membentuk fosfomolibdat. Reaksi yang terjadi:



Selanjutnya amonium fosfomolibdat akan direduksi oleh asam askorbat, sehingga warnanya menjadi biru molibdenum yang pekat. Warna biru yang timbul tersebut diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 880 nm.

c. Pereaksi

1. Asam Sulfat 5 N
 - Pipet 70 mL asam sulfat (H_2SO_4) 98% ($\rho = 1,8 \text{ g/mL}$) ke dalam labu ukur 500 mL yang sudah berisi air suling.
 - Tambahkan air suling hingga tanda tera, lalu homogenkan.
2. Larutan Asam Askorbat 0,1 M
Larutkan 1,76 g asam askorbat dalam 100 mL air suling.
Larutan ini akan stabil selama 1 minggu pada suhu 4 °C
3. Larutan K-Sb-tartrat
 - Larutkan 1.3715 g $\text{K}(\text{SbO})\cdot\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ dengan air suling 400 mL.
 - Pindahkan larutan ke labu ukur 500 mL, tepatkan dengan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.
4. Larutan Ammonium Molibdat
Larutkan 20 g $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dalam 500 mL air suling.
5. Pereaksi Kombinasi
Campurkan 50 mL H_2SO_4 5 N, 5 mL larutan kalium antimon tartat, 15 mL larutan amonium molibdat, dan 30 mL larutan asam askorbat, lalu tambahkan air suling hingga volumenya 100 mL.
Catatan:

- Sebelum dicampurkan, suhu semua pereaksi dikondisikan seperti suhu ruang.
 - Jika terdapat kekeruhan pada pereaksi kombinasi, kocok dan tunggu beberapa menit hingga kekeruhan tidak terlihat lagi sebelum digunakan.
 - Pereaksi kombinasi dapat stabil selama 4 jam.
6. Larutan Induk Fosfat (50 µg P/mL)
Larutkan 0,2195 g KH₂PO₄ anhidrat dalam air suling 1000 mL, lalu homogenkan.
 7. Larutan Standar Fosfat untuk Pembuatan Kurva Kalibrasi (2,5 µg P/mL)
 - Pipet 50 mL larutan induk fosfat 50 µg P/mL ke dalam labu ukur 1000 mL, lalu tepatkan dengan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.

d. Cara Kerja

1 Persiapan Sampel Air

- Atur pH sampel air menjadi 7±1 dengan larutan H₂SO₄ 5 N.
- Jika dalam sampel air kandungan fosfat (PO₄³⁻) diperkirakan lebih kecil dari 1 mg P/L, maka volume sampel air yang diambil untuk diperiksa adalah 25 mL.
- Jika dalam sampel air kandungan fosfat (PO₄³⁻) diperkirakan lebih besar dari 1 mg P/L, maka sampel air harus diencerkan terlebih dahulu, lalu pipet 25 mL untuk pengujian.

2 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fosfat

- Pipet larutan standar fosfat 2,5 µg P/mL sebanyak 0, 1, 5, 10, 15, 20 mL ke dalam labu ukur 100 mL, lalu tambahkan air suling hingga tanda tera.
- Pipet masing-masing larutan standar sebanyak 50 mL ke dalam labu erlemeyer 250 mL.
- Tambahkan 8 mL pereaksi kombinasi, lalu homogenkan .
- Diamkan 10- 30 menit hingga warna larutan menjadi biru pekat.
- Ukur serapan larutan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 880 nm.
- Buat kurva kalibrasi antara kadar fosfat dan serapannya.

3 Pengukuran Kadar Fosfat pada Sampel

- Saring sample air dengan kertas saring berpori 0.45 µm.
- Pipet 50 mL larutan sampel ke dalam labu erlenmeyer 250 mL.
- Tambahkan 8 mL pereaksi kombinasi, lalu homogenkan.
- Diamkan 10- 30 menit hingga warna larutan menjadi biru pekat.
- Ukur serapan larutan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 880 nm, lalu hitung kadar fosfat menggunakan rumus:

$$\text{Kadar fosfat dalam sampel (mg PO}_4^{3-}/\text{L)} = C \times fp \times 94,97$$

Keterangan:

C : kadar fosfat yang diperoleh dari kurva kalibrasi (mg/L)

fp : faktor pengenceran

94,97 : berat molekul PO₄³⁻

6.2.3 PENETAPAN POLIFOSFAT

a. Metode Penetapan

Penetapan polifosfat dilakukan dengan metode kolorimetri/spektrofotometri.

b. Prinsip Penetapan

Penetapan polifosfat dilakukan melalui pendekatan penetapan ortofosfat. Pertama-tama senyawa polifosfat yang terdapat dalam sampel air dihidrolisis menjadi ortofosfat dalam suasana asam dengan menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) pekat. Hidrolisis dilakukan dengan pemanasan dalam autoklaf (pemanas bersuhu dan bertekanan tinggi) paling tidak selama 90 menit. Selanjutnya dilakukan prosedur kerja dengan prinsip yang sama dengan penetapan ortofosfat yang diuraikan, namun sebelumnya larutan sampel harus ditambahkan standar basa untuk menetralkan kelebihan asam. Jumlah polifosfat dalam sampel merupakan selisih dari total fosfat anorganik dengan jumlah ortofosfat.

$$\text{Total Fosfat Anorganik} - \text{Ortofosfat} = \text{Polifosfat}$$

c. Perekasi

Perekasi yang diperlukan dalam penetapan polifosfat sama dengan penetapan ortofosfat yang diuraikan sebelumnya, ditambahkan dengan larutan NaOH 1 N.

d. Cara Kerja

1. Hidrolisis Polifosfat menjadi Ortofosfat

- Pipet 50 mL larutan sampel air yang diperiksa dan masukkan ke dalam labu didih 200 mL.
- Tambahkan 10 mL asam sulfat (H_2SO_4) 5 N.
- Didihkan selama 30 menit, lalu dinginkan
- Netralkan larutan sampel hingga pH 7 ± 1 dengan menggunakan larutan NaOH 5 N.
- Pindahkan larutan ke labu ukur 100 mL, kemudian tambahkan air suling hingga tanda tera.

2. Penetapan Polifosfat

- Pipet 40 mL larutan sampel air yang sudah dihidrolisis ke dalam labu ukur 50 mL.
- Tambahkan pereaksi campuran 8 mL, lalu homogenkan.
- Diamkan 10- 30 menit hingga warna larutan menjadi biru pekat.
- Ukur serapan larutan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 880 nm. Kadar yang diperoleh merupakan total fosfat anorganik (B).
- Hitung kadar polifosfat dengan menghitung selisih antara total anorganik dan kadar ortofosfat yang diperoleh sebelumnya (A).

$$\text{Konsentrasi polifosfat} = \text{B} - \text{A}.$$

6.2.4 PENENTUAN FOSFAT ORGANIK

a. Prinsip Penetapan

Penentuan fosfat organik didasarkan pada kenyataan bahwa senyawa organik akan rusak menjadi unsur-unsurnya apabila diberikan oksidasi atau dilakukan digesti/mineralisasi. Oleh karenanya pada penetapan ini larutan sampel akan

dioksidasi dengan oksidator kuat (asam perklorat, asam nitrat-asam sulfat, atau persulfat) agar senyawa fosfat berubah menjadi ion fosfor. Selanjutnya apabila proses oksidasi telah selesai, penentuan fosfat organik dilakukan dengan pendekatan metode ortofosfat. Nilai senyawa fosfat organik diketahui dengan menghitung selisih antara total fosfat keseluruhan dengan total fosfat anorganiknya.

$$\text{P-Organik} = \text{Total Fosfat} - \text{Fosfat Anorganik}$$

b. Preaksi

- Preaksi yang diuraikan pada dalam penetapan ortofosfat
- Asam nitrat (HNO₃) 65%
- Asam sulfat (H₂SO₄) 98%

c. Cara Kerja

1. Mineralisasi

- Pipet 100 mL larutan sampel ke dalam labu Kjeldahl.
- Tambahkan 1 mL asam sulfat (H₂SO₄) 98% dan 5 mL asam nitrat (HNO₃) 65%.
- Tambahkan beberapa buah batu didih, lalu panaskan hingga volumenya tersisa beberapa mL (hindarkan penguapan sampai kering). Dinginkan.
- Tambahkan indikator fenolftalein (PP), lalu tambahkan larutan NaOH hingga larutan berubah menjadi merah muda.
- Pindahkan larutan ke labu ukur 100 mL, tambahkan air suling hingga tanda tera.

2. Penetapan Fosfat Organik

- Ambil 25 ml larutan sampel yang sudah dimineralisasi, dan masukkan dalam labu ukur 25 mL.
- Tambahkan preaksi campuran 4 mL, lalu homogenkan.
- Diamkan 10- 30 menit hingga warna larutan menjadi biru pekat.
- Ukur serapan larutan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 880 nm.
- Hitung konsentrasi fosfat organik dengan menghitung selisih total fosfat keseluruhan dengan total fosfat anorganik.

BAB VII

PENETAPAN BESI DAN MANGAN

7.1 Metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Tungku karbon

7.1.2 Prinsip

Analisis cemaran logam Fe dengan SSA menggunakan lampu katoda Fe berdasarkan penyerapan energi radiasi oleh atom-atom Fe pada tingkat energi dasar dengan atomisasi tungku karbon.

7.1.3 Peralatan

- SSA tungku karbon, terkalibrasi;
- Pipet mikro 0,5 mL, 1 mL dan 10 mL, terkalibrasi;
- Saringan membran 0,45 μm ;
- Labu ukur 50 mL, 100 mL dan 1 000 mL terkalibrasi;
- Pipet ukur 10 mL dan 100 mL terkalibrasi;
- Tabung reaksi 20 mL;
- Gelas piala 150 mL dan 500 mL;
- Penangas listrik.

7.1.4 Pereaksi

- Air suling bebas logam;
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam Nitrat HNO_3 p.a;
- Larutan induk besi 1 000 mg/L;
- Larutan baku besi 10 mg/L;
Pipet 1 mL larutan induk Fe 1 000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL tambah air sulingbebas logam yang mengandung HNO_3 (1,5 mL/L) sampai tanda garis.
- Larutan standar Fe; 0 $\mu\text{g/L}$; 20 $\mu\text{g/L}$; 40 $\mu\text{g/L}$; 60 $\mu\text{g/L}$ dan 80 $\mu\text{g/L}$;
Pipet masing-masing 0 mL; 0,20 mL; 0,40 mL; 0,60 mL; 0,80 mL. Larutan baku Fe 10 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL tambahkan air suling bebas logam yang mengandung HNO_3 (1,5 mL/L) sampai tanda garis.

7.1.5 Persiapan Contoh

- a) Saring larutan contoh 50 mL sampai 100 mL dengan menggunakan saringan membran 0,45 μm .
- b) Asamkan contoh sampai $\text{pH} < 2$ dengan HNO_3 p.a.
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 mL contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 mL tambahkan 5 mL HNO_3 p.a dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 mL sampai 20 mL.
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 mL, dinginkan dan

tambahkan air bebas logam yang mengandung HNO_3 (1,5 mL/L) sampai berimpit tanda garis.

e) Contoh siap diuji.

7.1.6 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh menggunakan SSA tungku karbon.

7.1.7 Perhitungan

Hitung kadar besi dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

7.2 PENETAPAN MANGAN (Mn)

7.2.1 Metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Tungku karbon

7.2.2 Prinsip

Analisis cemaran logam Mn dengan SSA menggunakan lampu katoda Mn berdasarkan penyerapan energi radiasi oleh atom-atom Mn pada tingkat energi dasar dengan atomisasi tungku karbon.

7.2.3 Peralatan

- SSA tungku karbon terkalibrasi;
- Pipet mikro 0,5 mL, 1 mL dan 10 mL terkalibrasi;
- Saringan membran 0,45 μm ;
- Labu ukur 50 mL, 100 mL dan 1 000 mL terkalibrasi;
- Pipet ukur 10 mL dan 100 mL terkalibrasi;
- Tabung reaksi 20 mL;
- Gelas piala 150 mL dan 500 mL;
- Penangas listrik.

7.2.4 Pereaksi

- Air suling bebas logam;
Air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan.
- Asam nitrat HNO_3 p.a;
- Larutan induk mangan 1 000 mg/L;
- Larutan baku mangan 10 mg/L;
Pipet 1 mL larutan induk Mn 1 000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL tambah air suling bebas logam yang mengandung HNO_3 (1,5 mL/L) sampai tanda garis.
- Larutan standar Mn : 0 $\mu\text{g/L}$; 2,5 $\mu\text{g/L}$; 5,0 $\mu\text{g/L}$; 7,5 $\mu\text{g/L}$ dan 10 $\mu\text{g/L}$;
Pipet masing-masing 0 mL; 0,25 mL; 0,50 mL; 0,75 mL; dan 1,0 mL larutan baku Mn 10 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL tambahkan air suling bebas logam yang mengandung HNO_3 (1,5 mL/L) sampai tanda garis.

7.2.5 Persiapan contoh

- a) Saring larutan contoh 50 mL sampai 100 mL menggunakan saringan membran 0,45 μm ;
- b) Asamkan contoh sampai $\text{pH} < 2$ dengan HNO_3 p.a;
- c) Bila terjadi endapan, pipet 100 mL contoh yang diasamkan ke dalam gelas piala 150 mL tambahkan 5 mL HNO_3 pekat dan batu didih kemudian uapkan di atas penangas listrik sampai larutan jernih dan volumenya kira-kira 10 mL sampai 20 mL;
- d) Pindahkan contoh ke dalam labu ukur 100 mL, dinginkan dan tambahkan air bebaslogam yang mengandung HNO_3 (1,5 mL/L) sampai berimpit tanda garis;
- e) Contoh siap diuji.

7.2.6 Cara kerja

Periksa larutan standar dan contoh menggunakan SSA tungku karbon.

7.2.7 Perhitungan

Hitung kadar mangan dalam contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresi linier.

BAB VIII

PENETAPAN KEBUTUHAN OKSIGEN KIMIAWI (*Chemical Oxygen Demand/COD*)

8.1 Pembahasan Umum

Chemical Oxygen Demand (COD) atau Kebutuhan Oksigen Kimia merupakan jumlah oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi zat-zat organik yang ada dalam sampel air atau banyaknya oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi zat-zat organik menjadi CO_2 dan H_2O . Keberadaan bahan organik dalam air umumnya berasal dari aktivitas makhluk hidup di dalam perairan maupun aktivitas manusia yang sering membuang limbah domestik dan industri ke dalam perairan. Limbah-limbah tersebut ada yang bisa diuraikan maupun tidak. Bahan organik yang tidak bisa diuraikan akan meningkatkan kadar COD di dalam air sehingga menyebabkan air akan teroksidasi, yang kadar mengakibatkan turunnya kadar oksigen di dalam air.

Selama proses penetapan COD, bahan-bahan organik akan diubah menjadi CO_2 dan air tanpa melihat kemampuan asimilasi secara biologis terhadap bahan-bahan tersebut. Sebagai contoh, glukosa dan lignin akan dioksidasi secara tuntas, sehingga hasil penetapan COD akan lebih besar dari pada hasil penetapan BOD. Hasil penetapan COD banyak digunakan untuk pengukuran pencemaran limbah rumah tangga maupun industri, yaitu dalam mengidentifikasi kondisi toksik dan tentang adanya bahan-bahan yang non biodegradable.

Hasil penetapan COD banyak digunakan untuk pengukuran pencemaran limbah rumah tangga maupun industri, yaitu dalam mengidentifikasi kondisi toksik dan tentang adanya bahan-bahan yang non biodegradable.

8.2 Prinsip Penetapan

Pada penentuan COD digunakan metode reflus tertutup secara titrimetri dengan pengoksidasi berupa kalium bikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) yang memiliki tingkat oksidasi yang cukup tinggi. Prinsip penentuan metode ini adalah penambahan pengoksidasi (kromat) dalam jumlah berlebih ke dalam sampel air, lalu dipanaskan. Adapun tujuan dari pemanasan ini adalah memastikan agar semua bahan organik teroksidasi. Kemudian sampel akan direflus dengan menggunakan larutan asam kuat sehingga diperoleh sejumlah lebih kalium dikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$). Waktu untuk proses reflus umumnya selama 2 jam, namun bisa lebih cepat apabila dianggap oksidasi telah sempurna. Pada proses reflus ini $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ akan mengalami reduksi menjadi Cr^{3+} . Sisa dari $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang tidak tereduksi akan dititrasi dengan menggunakan FAS (*Ferrous Ammonium Sulfate*) dan indikator ferroin untuk menghitung jumlah dari $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang dipakai, yang setara dengan jumlah oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi bahan-bahan organik yang terlarut dalam sampel.

Gangguan klorida dalam metode ini dicegah dengan penambahan merkuri sulfat (HgSO_4) dalam asam dan proses oksidasi diperbaiki dengan adanya suatu katalis

perak sulfat (Ag_2SO_4) (pemercepat oksidasi hidrokarbon rantai lurus yang tanpa katalis cukup sulit dioksidasi dengan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

8.3 Peralatan

- a. Peralatan refluks : COD Reaktor
- b. Peralatan titrasi.

8.4 Pereaksi

- Air suling bebas klorida dan bebas organik.
- Larutan Pencerna (*Digestion Solution*) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0.0167 N
Tambahkan 4,913 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang telah dikeringkan pada suhu 150°C selama 2 jam ke dalam 500 mL air suling. Tambahkan 167 mL H_2SO_4 pekat dan 33,3 g HgSO_4 . Larutkan, dan dinginkan pada suhu ruang dan encerkan sampai 1000 mL.
- Larutan Pereaksi Asam Sulfat
Tambahkan serbuk atau kristal Ag_2SO_4 teknis ke dalam H_2SO_4 pekat dengan perbandingan 5,5 g Ag_2SO_4 untuk tiap satu kg H_2SO_4 pekat atau 10,12 g Ag_2SO_4 untuk tiap 1000 mL H_2SO_4 pekat. Biarkan 1 jam sampai dengan 2 jam sampai larut, aduk.
- Asam Sulfamat ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$)
Tambahkan 10 mg asam sulfamat untuk setiap mg NO_2^- -N yang ada dalam sampel uji. Digunakan jika gangguan nitrit akan dihilangkan.
- Larutan Standar Kalium Hidrogen Phtalat, $\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$ (KHP).
Gerus perlahan KHP lalu keringkan sampai berat konstan pada suhu 110°C . Larutkan 425 mg KHP ke dalam air suling, encerkan sampai 1000 mL.
Secara teori, KHP mempunyai nilai COD 1,176 mg O_2/mg KHP dan larutan ini secara teori mempunyai nilai COD $500 \mu\text{g O}_2/\text{mL}$.
Larutan ini stabil bila disimpan dalam kondisi dingin. Hati-hati terhadap pertumbuhan biologi. Siapkan dan pindahkan larutan dalam kondisi steril. Sebaiknya larutan ini dipersiapkan setiap 1 minggu.
- Larutan Ferro Ammonium Sulfat, FAS 0,01 N, standard :
Larutkan 19,6 g ferro ammonium sulfat heksa-hidrat, $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 300 mL air bebas organik. Tambahkan 2 mL asam sulfat pekat, lalu tepatkan volumenya dengan air suling sampai 1000 mL.
- Larutan Indikator Ferroin :
Larutkan 1,485 g 1.10-fenatrolina monohidrat dan 695 mg $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dalam air suling bebas organik, lalu tepatkan volumenya sampai 100 mL.

8.5 Cara Kerja

1. Pembakuan Larutan Standar $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)$

- Timbang 0,04 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dan larutkan dengan air suling sampai volumenya 100 mL, sehingga diperoleh larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dengan konsentrasi 0,01 N.

- Pipet 10 mL larutan standard $K_2Cr_2O_7$ 0,01 N, lalu encerkan hingga volumenya menjadi 100 mL dengan air suling.
- Tambahkan 30 mL H_2SO_4 pekat, dan dinginkan.
- Titrasi dengan larutan $Fe(NH_4)_2(SO_4)$ dengan menggunakan indikator ferroin 2-3 tetes.
- Titik akhir titrasi tercapai pada saat terjadi perubahan warna dari hijau menjadi merah-biru.
- Catat volume $Fe(NH_4)_2(SO_4)$ yang terpakai.
- Hitung normalitas $Fe(NH_4)_2(SO_4)$ menggunakan rumus:

$$N \text{ Fe(NH}_4)_2\text{(SO}_4) = \frac{V \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times N \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}{V \text{ Fe(NH}_4)_2\text{(SO}_4)}$$

Keterangan:

- $N \text{ Fe(NH}_4)_2\text{(SO}_4)$: normalitas $Fe(NH_4)_2(SO_4)$ (N)
- $N \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$: normalitas $K_2Cr_2O_7$ (N)
- $V \text{ Fe(NH}_4)_2\text{(SO}_4)$: volume $Fe(NH_4)_2(SO_4)$ (mL)
- $V \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$: volume $K_2Cr_2O_7$ (mL)

2. Penetapan COD

- Masukkan 2,5 mL sampel air ke tabung COD.
- Tambahkan 1,5 mL larutan pencerna $K_2Cr_2O_7$.
- Tambahkan 3,5 mL larutan pereaksi asam sulfat.
- Tutup tabung COD, lalu letakkan ke reaktor COD.
- Hidupkan reaktor COD, lalu panaskan larutan sampel selama 2 jam pada suhu 160 °C.
- Setelah 2 jam, pindahkan larutan ke labu erlenmeyer.
- Dinginkan larutan dalam labu erlenmeyer dengan mengalirkan air mengalir.
- Teteskan 1 tetes indikator ferroin hingga larutan berubah warna menjadi hijau-biru.
- Titrasi larutan dengan FAS hingga hingga larutan berubah warna menjadi merah-coklat. Catat volume FAS yang terpakai.
- Ulangi langkah yang sama untuk blanko.

8.6 Perhitungan

$$\text{COD mg O}_2\text{/L} = \frac{(A - B) \times N \text{ Fe(NH}_4)_2\text{(SO}_4) \times 8 \times 1000}{V}$$

Keterangan:

- A : volume $Fe(NH_4)_2(SO_4)$ untuk titrasi blanko (mL)
- B : volume $Fe(NH_4)_2(SO_4)$ untuk titrasi sampel (mL)
- 8 : berat ekivalen oksigen
- 1000 : konversi mL ke L
- V : volume sampel (2,5 mL)

BAB IX

PENETAPAN OKSIGEN TERLARUT (*Dissolved Oxygen/DO*) dan KEBUTUHAN OKSIGEN BIOKIMIAWI (*Biochemical Oxygen Demand/BOD*)

9.1 PENETAPAN OKSIGEN TERLARUT (*Dissolved Oxygen/Do*)

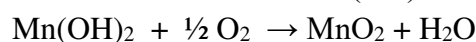
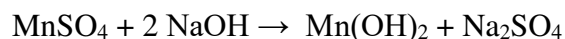
9.1.1 Pembahasan Umum

Oksigen terlarut didefinisikan yaitu jumlah miligram oksigen yang terlarut dalam 1 liter air atau air limbah, dinyatakan dalam mg O₂/L. Menurut Miller (2007), klasifikasi air yang baik yaitu: baik (8-9 mg/L), sedikit tercemar (6,7-8 mg/L), tercemar ringan (4,5-6,7 mg/L), tercemar berat (<4,5 mg/L), dan tercemar parah (< 4 mg/L).

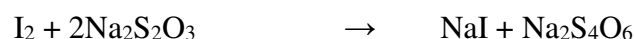
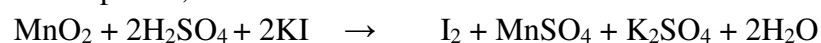
Metode yang digunakan dalam penetapan oksigen terlarut adalah metode Winkler yang dimodifikasi oleh Alsterberg untuk menghilangkan pengaruh ion nitrit dalam air. Metode ini juga disebut sebagai metode iodometri.

9.1.2 Prinsip Penetapan

Penambahan MnSO₄ ke dalam sampel air dalam suasana basa mengakibatkan teroksidasinya ion Mn²⁺ oleh O₂ menjadi ion Mn⁴⁺. Hal tersebut dapat diamati dengan terbentuknya endapan MnO₂.



Penambahan H₂SO₄ pekat dan pereaksi kombinasi alkali iodida azida (dalam hal ini KI dan NaN₃) akan membebaskan I₂, sementara endapan Mn⁴⁺ juga akan larut kembali menjadi Mn²⁺. Selanjutnya I₂ yang dilepaskan dititrasi dengan larutan Na₂S₂O₃ dan bantuan indikator kanji. Jumlah I₂ yang diperoleh tersebut akan ekuivalen dengan O₂ terlarut dalam sampel air,



9.1.3 Peralatan

- Botol BOD *Winkler*
- Buret 25 ml dan 50 ml
- Pipet gondok
- Labu erlenmeyer 250 ml dan 500 ml
- Labu ukur 1 liter

9.1.4 Pereaksi

- Asam Sulfat (H₂SO₄) pekat (98 %)
- Pereaksi kombinasi KI + NaN₃;
 - Larutkan 15 g KI dan 35 g NaOH dalam 80 mL air suling.
 - Pada gelas piala yang lain, larutkan 1 g NaN₃ dalam 20 mL air suling.

- Campurkan kedua larutan tersebut. Pindahkan ke botol borosilikat berwarna coklat.
- c. Larutan Mangan Sulfat (MnSO_4)
Larutkan 364 g $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dengan air suling dalam labu ukur 1000 mL, tepatkan hingga tanda tera.
- d. Larutkan Na-Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.0125 N)
Larutkan 3,102 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan air suling yang telah dididihkan dalam labu ukur 1000 mL, lalu tepatkan hingga tanda tera.
Siapkan larutan ini pada saat akan digunakan
- e. Larutan Kanji 2 %
Larutkan 2 g kanji dengan air suling dalam labu 100 mL, panaskan hingga larutan bening.
Tambahkan 0,15 g asam salisilat ($\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOH}$) sebagai pengawet.
Larutan kanji yang digunakan sebaiknya *fresh* dengan kondisi masih hangat.

9.1.5 Cara Kerja

- Siapkan botol BOD *Winkler* dan isi dengan sampel air hingga penuh/meluap. Hati-hati jangan sampai terjadi gelembung udara, kemudian segera tutup dengan rapat.
- Masukkan 1 mL larutan MnSO_4 dan 1 mL kombinasi alkali iodida azida dengan ujung pipet menyentuh dasar botol *Winkler*.
- Segera tutup botol BOD *Winkler*, lalu kocok hingga terbentuk gumpalan sempurna
- Diamkan 5-10 menit agar gumpalan mengendap sempurna.
- Tambahkan 1 mL H_2SO_4 pekat, lalu segera tutup kembali botol BOD *Winkler*. Kocok agar semua endapan larut kembali.
- Pipet 50 mL larutan sampel ke dalam labu erlenmeyer.
- Titrasi larutan dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,0125 N hingga larutan sampel menjadi kuning.
- Tambahkan 2 tetes indikator kanji, lalu larutan sampel akan menjadi biru.
- Titrasi larutan sampel dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,0125 N hingga warna biru tepat hilang.
- Catat volume larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,0125 N yang terpakai.
- Hitung konsentrasi oksigen terlarut dalam sampel air menggunakan rumus:

$$\text{Oksigen Terlarut (mg/L)} = \frac{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times 8 \times 1000}{V \text{ sampel}}$$

Keterangan:

1000 : konversi mL ke L

8 : berat ekuivalen oksigen

V sampel : volume botol dikurangi volume pereaksi MnSO_4 dan alkali iodida azida.

9.2 PENETAPAN KEBUTUHAN OKSIGEN BOKIMIAWI (*Biochemical Oxygen Demand/BOD*)

9.2.1 Pembahasan Umum

Biochemical Oxygen Demand didefinisikan sebagai jumlah oksigen yang dibutuhkan oleh bakteri dalam proses dekomposisi material organik dalam kondisi aerobik. Nilai BOD juga menggambarkan kuantitas oksigen yang diperlukan untuk menstabilkan bahan organik karbon dalam proses biologis yang terjadi dalam badan air. Bahan organik yang terdapat dalam air merupakan hasil pembusukan tumbuhan dan hewan yang telah mati dan hasil buangan dari limbah domestik dan industri.

Nilai BOD yang tinggi akan menyebabkan nilai DO yang rendah karena oksigen terlarut dalam air digunakan untuk mengoksidasi material organik. Rendahnya nilai DO mengancam kehidupan organisme air, seperti mengakibatkan matinya organisme akuatik dan juga akan mengakibatkan matinya bakteri aerobik serta berkembangnya bakteri anaerobik.

Diantara variasi BOD, BOD₅ adalah parameter yang paling sering digunakan. BOD₅ yaitu nilai BOD yang diukur setelah mengalami inkubasi selama 5 hari pada temperatur 20 °C. Untuk memperoleh hasil yang lebih teliti, perlu dilakukan pengenceran sampel air yang diperiksa. Kondisi yang harus dipenuhi dalam penetapan BOD adalah :

- Bebas bahan beracun sehingga tidak mengganggu pertumbuhan dan kehidupan mikroorganisme.
- PH yang sesuai.
- Cukup bahan nutrisi yang diperlukan oleh mikroorganisme.
- Temperatur standar (20 ± 1 °C).
- Terdapat mikroorganisme dalam jumlah yang cukup.

9.2.2 Prinsip Penetapan

Penetapan BOD yang dilakukan dalam percobaan ini merupakan pendekatan proses penguraian bahan organik sebagaimana terjadi dalam lingkungan alamiah. Sejumlah sampel uji ditambahkan ke larutan pengencer jenuh oksigen yang telah ditambah larutan nutrisi dan bibit mikroba, kemudian diinkubasi dalam ruang gelap pada suhu 20 ± 1 °C selama 5 hari. Nilai BOD dihitung berdasarkan selisih konsentrasi oksigen terlarut 0 (nol) hari dan 5 (lima) hari.

Proses penguraian yang berlangsung dapat digambarkan sebagai berikut :

Bahan organik + O₂ + mikroorganisme aerobik $\xrightarrow{\text{Pertumbuhan NPK}}$ **CO₂ + biogas + energi**

Penguraian bahan organik tersebut sejalan dengan pemakaian oksigen (O₂).

9.2.3 Peralatan

- Botol-botol inkubasi *Winkler* (botol BOD) 250 - 300 ml lengkap dengan tutup
- Inkubator (suhu 20 ± 1°C)
- Labu ukur
- Pipet ukur
- Peralatan untuk analisa oksigen terlarut (DO)

- f. Aerator/kompersor

9.2.4 Perekasi

- a. Air suling tidak boleh mengandung zat beracun terhadap mikroorganisme seperti Cr, Hg, Cd, Cl₂ kloramin, asam, dan basa.
- a. Larutan Penyangga Fosfat
- Larutkan 8,5 g KH₂PO₄, 21,75 g KH₂PO₄, 33,4 g Na₂HPO₄.7H₂O dan 1,7 g NH₄Cl dengan air suling dalam labu ukur 1000 mL, lalu tepatkan hingga tanda tera.
 - Atur pH larutan menjadi 7,2 dengan HCl 1 N atau NaOH 1N.
- a. Larutan Magnesium Sulfat
- Larutkan 22,5 g MgSO₄.7H₂O dengan air suling dalam labu ukur 1000 mL, lalu tepatkan hingga tanda tera.
- d. Larutan Kalsium Klorida (CaCl₂)
- Larutkan 27,5 g CaCl₂ anhidrat dengan air suling dalam labu ukur 1000 mL, lalu tepatkan hingga tanda tera.
- f. Larutan Ferri Klorida (FeCl₃)
- Larutkan 0,25 g FeCl₃.6H₂O ke dalam labu ukur 1000 mL, lalu tepatkan hingga tanda tera.
- g. Bubuk Inhibitor Nitrifikasi
- Dapat digunakan inhibitor nitrifikasi berupa N-serve (dari chemicals), allytion-ureum (ATU) (MERCK) atau netrificatrin inkubator 2533 (Holc Chem Co).

9.2.5 Cara Kerja

a. Pembenihan (*Seeding*)

Pembenihan tidak selalu harus dilakukan, tergantung pada jenis air limbah (buangan) yang diperiksa. Jika dalam air belum terdapat mikroorganisme (air dengan pH ekstrim), maka dilakukan pembenihan. Namun apabila dalam air sudah terdapat mikroorganisme, pembenihan tidak diperlukan.

Adapun langkah-langkah pembenihan pada air yang belum terdapat mikroorganisme adalah sebagai berikut:

- Ambil 10 g tanah yang subur yang dapat ditanami dan tidak mengandung zat beracun seperti peptisida.
- Atur pHnya antara 6 dan 7,5. Campur tanah tersebut dengan 100 mL sampel air yang akan diperiksa (jika BOD sampel air 1000 mg/L, encerkan sampel terlebih dahulu).
- Simpan suspensi tersebut selama 1 hari pada temperatur 20 ± 1 °C dalam inkubator gelap. Saringlah suspensinya dengan kertas saring biasa.
Kira-kira 50 mL air saringan dipakai untuk pembenihan. Air saringan tersebut mengandung 10^5 - 10^9 organisme yang hidup per mL. Benih tersebut tahan selama beberapa jam atau beberapa hari jika disimpan di lemari pendingin.

Catatan:

- Selain menggunakan tanah, pembenihan juga dapat dilakukan dengan menggunakan air dari limbah domestik ataupun lumpur dari *septic tank*.
- Jika sampel air mengandung zat organik yang khusus dan "nonbiodegradable" seperti yang berasal dari industri kimia atau petrokimia, maka proses inkubasi tanah harus diteruskan sampai 3- 5 hari dengan tambahan perlakuan aerasi agar bakteri dapat beradaptasi terhadap senyawa-senyawa yang ada di dalam sampel tersebut. Adapun cara yang dilakukan, yaitu:
 - Ambil 10 mL pembenihan (*seeding*) dari limbah domestik.
 - Encerkan sampai volumenya menjadi 1000 mL sambil terus menerus dilakukan aerasi.
 - Tambahkan sampel yang diperlukan sedikit demi sedikit hingga mikroorganisme tumbuh ditandai dengan pembentukan lumpur.

b. Persiapan Larutan Pengencer

- Siapkan 1000 mL air suling pada gelas piala.
- Tambahkan 1 mL larutan penyangga fosfat, 1 mL MgSO₄, 1 mL CaCl₂, 1 mL FeCl₃ dan masukkan benih/bakteri sebanyak 1 mL.
- Aduk selama 30 menit sambil diberikan aerasi.

c. Perlakuan Sampel

1. Kondisikan suhu sampel air 20 ± 1 °C.
2. Jika sampel bersifat asam/basa dinetralkan dengan H₂SO₄ 0,1 N atau NaOH 0,1 N sampai pH 6,5 - 7,5.
3. Lakukan pengenceran terhadap sampel air dengan larutan pengencer hingga volumenya 1000 mL.

Jumlah pengenceran sangat tergantung pada karakteristik sampel air. Pilihlah pengenceran yang diperkirakan dapat menghasilkan penurunan oksigen terlarut minimal 2,0 mg/L, dan sisa oksigen terlarut minimal 1,0 mg/L setelah inkubasi 5 hari. Pengenceran sampel air dapat dilakukan berdasarkan faktor pengenceran seperti berikut:

Tabel 8.1 Faktor Pengenceran Sampel Air

| Jenis Sampel Air | Jumlah Sampel Air (%) | Faktor Pengenceran |
|-----------------------------------|-----------------------|--------------------|
| Limbah industri yang sangat pekat | 0,01 – 1,0 | 10000 - 100 |
| Limbah yang diendapkan | 1,0 – 5,0 | 100 – 20 |
| Efluen dari proses biologi | 5,0 – 25 | 20 – 4 |
| Air Sungai | 25 - 100 | 4 – 1 |

Sumber: *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21st Edition, 2005: Biochemical Oxygen Demand (5210)*

Selain itu terdapat panduan untuk pengenceran sampel air yaitu melalui pendekatan kadar BOD dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\frac{BOD_5}{0,68} = 0,92 \times COD$$

| Sampel yang dipipet (mL) | Perkiraan Range BOD (mg/L) | | Faktor Pengenceran |
|--------------------------|----------------------------|----------|--------------------|
| | Minimum | Maksimum | |
| 0,5 | 1200 | 3400 | 600 |
| 1 | 630 | 1800 | 300 |
| 3 | 210 | 560 | 100 |
| 6 | 105 | 280 | 50 |
| 9 | 70 | 187 | 33,3 |
| 12 | 53 | 140 | 25 |
| 15 | 42 | 112 | 20 |
| 18 | 35 | 94 | 16,7 |
| 24 | 26 | 70 | 12,5 |
| 30 | 21 | 56 | 10 |
| 45 | 14 | 37 | 6,67 |
| 60 | 11 | 28 | 5 |
| 75 | 8 | 22 | 4 |
| 150 | 4 | 12 | 2 |
| 300 | 2 | 6 | 1 |

d. Cara Kerja

1. Siapkan 4 buah botol *winkler* 300 mL. 2 botol *winkler* untuk pengukuran DO₀ sampel air dan blanko, 2 botol *winkler* lainnya untuk pengukuran DO₅ sampel air dan blanko
2. Pipet sejumlah sampel air (mengacu pada pendekatan diatas) ke dalam 2 botol *winkler* tersebut (untuk DO₀ dan DO₅).
3. Tambahkan larutan pengencer hingga meluap, lalu tutup segera. Usahakan tidak ada gelembung udara.
4. Persiapkan blanko DO₀ dan DO₅ dengan menuangkan larutan pengencer pada botol BOD *winkler*.
5. Periksa kadar oksigen terlarut DO₀ dan blanko DO₀ dengan menggunakan metode penentuan oksigen terlarut (DO) yang telah dijelaskan sebelumnya. Pengukuran oksigen terlarut pada nol hari harus dilakukan paling lama 30 menit setelah pengenceran.
6. Sementara untuk penentuan DO₅ dan blanko DO₅ , simpan dalam inkubator dengan suhu dijaga konstan 20 ± 1°C selama 5 hari.
7. Setelah 5 hari, periksa kadar oksigen terlarut (DO) 5 hari sesuai dengan metode penentuan oksigen terlarut (DO).

Catatan:

Perlakuan pengenceran diperlukan apabila sampel mengandung oksigen melebihi kejenuhannya ($> 9 \text{ mg O}_2/\text{L}$) pada 20°C . Hal ini dikarenakan jumlah oksigen yang dapat ditampung oleh botol terbatas, yaitu maksimal $9 \text{ mg O}_2/\text{L}$, oleh karena itu sebaiknya sampel air diencerkan agar oksigen terlarut pada akhir masa inkubasi hanya berkisar $3\text{-}6 \text{ mg O}_2/\text{L}$ saja.

7.2.6 Perhitungan

a. Perhitungan DO_0 dan DO_5 sampel air

$$\text{Oksigen Terlarut (mg/L)} = \frac{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times 8 \times 1000}{V \text{ sampel}} \times \text{fp}$$

Keterangan:

1000 : konversi mL ke L

8 : berat ekuivalen oksigen

V sampel : volume botol dikurangi volume pereaksi MnSO_4 dan alkali iodida azida.

fp : faktor pengenceran

b. Jika tidak dilakukan pembenihan (*seeding*)

$$\text{BOD}_5 = (\text{DO}_0 - \text{DO}_5)$$

Keterangan:

DO_0 : DO sampel pada 0 hari ($\text{mg O}_2/\text{L}$)

DO_5 : DO sampel pada 5 hari ($\text{mg O}_2/\text{L}$)

c. Jika dilakukan pembenihan (*seeding*)

$$\text{BOD}_5 = \{(\text{DO}_0 - \text{DO}_5) - (\text{DO}_{0,b} - \text{DO}_{5,b})\}$$

Keterangan:

DO_0 : DO sampel pada 0 hari ($\text{mg O}_2/\text{L}$)

DO_5 : DO sampel pada 5 hari ($\text{mg O}_2/\text{L}$)

$\text{DO}_{0,b}$: DO blanko pada 0 hari ($\text{mg O}_2/\text{L}$)

$\text{DO}_{5,b}$: DO blanko pada 5 hari ($\text{mg O}_2/\text{L}$)

BAB X

PENETAPAN BILANGAN PERMANGANAT

10.1 Pembahasan Umum

Penentuan bilangan permanganat bertujuan untuk mengetahui kandungan zat organik dalam air. Bilangan permanganat menunjukkan jumlah mg KMnO_4 yang diperlukan untuk mengoksidasi zat organik dalam 1 liter air dalam suasana asam dan pemanasan. Semakin tinggi bilangan permanganat, maka makin tinggi kandungan zat organiknya. Akibatnya jumlah oksigen terlarut dalam air (DO) akan semakin rendah, yang berdampak pada kematian berbagai organisme di perairan.

10.2 Prinsip Penetapan

Metode yang digunakan dalam penetapan bilangan permanganat adalah titrasi permanganometri berdasarkan prinsip oksidasi-reduksi. Zat organik dalam air dioksidasi oleh KMnO_4 . Proses oksidasi tersebut dapat terjadi dalam suasana asam, basa, atau pun netral. Secara umum reaksi oksidasi zat organik adalah sebagai berikut:



Zat organik dalam air dioksidasikan dengan larutan baku KMnO_4 pada suasana asam dengan adanya penambahan larutan asam seperti larutan H_2SO_4 . Reaksi oksidasi KMnO_4 dalam kondisi asam sebagai berikut :



Sedangkan jika dalam kondisi basa, zat organik dalam air dididihkan terlebih dahulu dengan larutan basa seperti NaOH atau KOH lalu selanjutnya dioksidasi oleh KMnO_4 berlebih.

Oksidasi KMnO_4 dalam kondisi basa sebagai berikut :



Kemudian kelebihan dari KMnO_4 baik dari suasana asam ataupun basa tersebut akan direduksi oleh asam oksalat. Kelebihan asam oksalat akan dititrasi kembali dengan KMnO_4 sampai titik akhir berwarna merah muda seulas.



10.3 Pereaksi

a. Larutan KMnO_4 0,1 N

- Timbang 3,16 g kristal KMnO_4 dan larutkan dalam air suling, lalu tepatkan volumenya menjadi 1000 mL.
- Didihkan larutan selama 10-15 menit. Atur volumenya agar tetap 1 liter dengan menambah air suling.
- Simpan di tempat gelap dan biarkan selama 3 hari
- Saring dengan saringan gelas wol dan simpan dalam botol berwarna coklat.

b. Larutan KMnO_4 0,01 N

- Pipet 100 mL larutan KMnO_4 0,1 N ke dalam labu ukur 1000 mL, lalu tepatkan dengan air suling hingga tanda tera.

- Simpan dalam botol berwarna coklat.
- c. Larutan H₂SO₄ 8 N bebas organik
 - Pipet 222 mL H₂SO₄ pekat ke dalam labu ukur 1000 mL yang sudah berisi air suling kurang lebih 500 mL. Tepatkan hingga tanda tera.
 - Tambahkan setetes demi setetes larutan KMnO₄ 0,01 N hingga larutan berwarna merah muda.
 - Panaskan selama 10-15 menit pada suhu 80 °C. Apabila selama dididihkan warna merah muda hilang, tambahkan lagi KMnO₄ 0,01 N hingga warna merah mudah stabil.
 - Atur kembali volume larutan menjadi 1000 mL.
- d. Larutan Asam Oksalat (H₂C₂O₄.2H₂O) 0,1 N
 - Larutkan 6,302 g kristal asam oksalat (H₂C₂O₄.2H₂O) dengan air suling dalam labu ukur 1000 mL.
 - Tambahkan 50 mL larutan H₂SO₄ 4 N.
 - Atur volumenya menjadi 1 liter dengan menambahkan air suling.
- e. Larutan Asam Oksalat (H₂C₂O₄.2H₂O) 0,01 N
 - Pipet 100 mL asam oksalat 0,1 N ke dalam labu ukur 1000 mL.
 - Tambahkan 10 ml H₂SO₄ 4 N.
 - Tepatkan volumenya dengan air suling hingga tanda tera. Homogenkan.

10.4 Cara Kerja

a. Persiapan Labu Erlenmeyer Bebas Organik

- Masukkan 100 mL air ledeng ke dalam labu erlenmeyer 250 mL. Beri beberapa butir batu didih.
- Tambahkan 5 mL H₂SO₄ 8 N dan KMnO₄ 0,01 N setetes demi tetes sampai larutan berwarna merah muda.
- Didihkan selama 10 menit. Jika selama mendidih warna merah hilang, teteskan lagi KMnO₄ 0,01 N sampai warna merah muda stabil.
- Buanglah larutan dalam labu erlenmeyer.

b. Pembakuan Larutan Baku KMnO₄ 0,01 N

- Pipet 100 mL air suling ke labu erlenmeyer 250 mL.
- Tambahkan 5 mL H₂SO₄ 8 N. Panaskan sampai hampir mendidih (80 °C), lalu tambahkan 10 mL asam oksalat 0,01 N teruskan pemanasan hingga 10 menit.
- Titrasi dengan KMnO₄ 0,01 N. Catat volume KMnO₄ yang terpakai.
- Hitung Normalitas KMnO₄ dengan menggunakan rumus:

$$N_{\text{KMnO}_4} = \frac{V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{V_{\text{KMnO}_4}}$$

c. Penetapan Bilangan Permanganat

- Pipet 100 mL sampel air ke dalam labu erlenmeyer bebas organik. Tambahkan 3 butir batu didih.

- Tambahkan beberapa tetes KMnO_4 0,01 N hingga larutan sampel berwarna merah muda.
- Tambahkan 5 mL asam sulfat 8 N bebas organik.
- Panaskan larutan sampel pada suhu 105 ± 2 °C.
- Pipet 10 mL KMnO_4 0,01 N, panaskan hingga mendidih selama 10 menit.
- Tambahkan 10 mL larutan baku asam oksalat 0,01 N ke dalam larutan sampel saat masih diatas pemanas. Penambahan ini dilakukan hingga larutan berwarna bening.
- Titrasi segera dengan larutan KMnO_4 0,01 N sampai timbul warna merah muda yang tetap. Catat volume KMnO_4 yang terpakai.

10.5 Perhitungan

Nilai Permanganat dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{mg/L KMnO}_4 = \frac{\{(V_1 + V_2)_{\text{KMnO}_4} \times N_{\text{KMnO}_4}\} + (V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4})}{\text{mL sampel}} \times 31,6 \times 1000 \times f_p$$

keterangan :

V_1 : volume KMnO_4 yang ditambahkan selama dididihkan (mL)

V_2 : volume KMnO_4 yang terpakai dalam titrasi (mL)

31,6 : berat ekuivalen KMnO_4

1000 : konversi mL ke L

f_p : $\frac{\text{volume sampel setelah diencerkan (mL)}}{\text{volume yang dipipet (mL)}}$

BAB XI

ISOTERM ADSORPSI

(METODE JAR TEST / SPEKTROFOTOMETRI)

11.1 Pembahasan Umum

Adsorpsi merupakan suatu proses penyerapan suatu proses penyerapan suatu zat pada permukaan zat lain. Dalam adsorpsi dikenal istilah adsorbat dan adsorben. Adsorbat adalah zat yang terserap, sementara adsorben adalah zat penyerapnya. Salah satu jenis adsorben yang sudah dipergunakan secara luas yaitu karbon aktif yang memiliki daya serap yang tinggi terhadap molekul-molekul organik.

Proses adsorpsi dapat diklasifikasikan atas dua jenis, yaitu: adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia. Perbedaan antara adsorpsi fisika dan kimia dapat dilihat pada tabel berikut:

| Perbedaan | Adsorpsi Fisika | Adsorpsi Kimia |
|-------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------|
| Ikatan antara adsorben dan adsorbat | Interaksi Van Der Waals | Ikatan Kimia (umumnya ikatan kovalen) |
| Entalpi reaksi | -4 sampai -40 kJ/mol | -40 sampai 800 kJ/mol |
| Lapisan yang terbentuk | Multilayer | Monolayer |
| Suhu | Terjadi pada suhu dibawah titik didih adsorbat | Terjadi pada suhu tinggi |
| Jumlah adsorpsi pada permukaan | Fungsi adsorbat | Karakteristik adsorben dan adsorbat |
| Energi aktivasi | Tidak terlibat | Terlibat |
| Sifat | Tidak spesifik | Spesifik |
| Contoh | Adsorpsi karbon aktif (arang batu, batok kelapa, serbuk gergaji, kayu, sekam) | Adsorpsi penukar ion |

Proses adsorpsi merupakan proses yang berkesetimbangan, yaitu dicapai ketika laju adsorpsi sama dengan laju desorpsi. Beberapa hal yang mempengaruhi proses adsorpsi, antara lain: jenis adsorben, jenis adsorbat, luas permukaan zat adsorben, konsentrasi adsorbat, dan suhu (Atkins, 1990).

Kesetimbangan proses adsorpsi dapat dipelajari melalui penentuan isoterm adsorpsi yang sesuai diantara isoterm Langmuir, isoterm Freundlich, dan isoterm BET.

1. Isoterm Langmuir

Isoterm adsorpsi Langmuir didasarkan atas beberapa asumsi (Oscik J, 1994):

- Adsorpsi hanya terjadi pada lapisan tunggal (*monolayer*).
- Panas adsorpsi tidak tergantung pada penutupan permukaan, semua panas adsorpsi dilakukan dengan mekanisme yang sama.

c. Permukaan adsorben bersifat homogen, hanya dapat mengadsorpsi satu molekul untuk setiap molekul adsorbennya. Tidak ada interaksi antara molekul-molekul yang diserap.

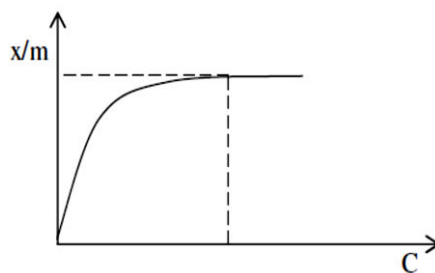
Persamaan isoterm adsorpsi dapat diturunkan secara teoritis dengan menganggap terjadinya kesetimbangan antara molekul-molekul zat yang diadsorpsi pada permukaan adsorben dengan molekul-molekul zat yang tidak teradsorpsi (Day, R.A. Underwood, 2002). Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\frac{C}{x/m} = \frac{1}{(x/m)_{\max} k} + \frac{1}{(x/m)_{\max}} C$$

Keterangan:

- C : konsentrasi adsorbat dalam larutan
- x/m : konsentrasi adsorbat yang terserap per gram adsorben
- (x/m)_{max} : kapasitas adsorpsi maksimum adsorben
- k : konstanta afinitas adsorpsi

Kurva isoterm adsorpsi Langmuir disajikan pada gambar berikut:



Gambar 10.1 Kurva Isoterm Adsorpsi Langmuir

2. Isoterm BET (Brunnaun, Emmel, Teller) :

Sama halnya dengan isoterm Langmuir, pada isoterm BET juga berasumsi bahwa permukaan adsorben bersifat homogen. Namun, isoterm BET berasumsi juga bahwa molekul-molekul adsorbat bisa membentuk lebih dari satu lapisan adsorbat pada permukaan adsorben. Pada isoterm ini, mekanisme adsorpsi untuk setiap proses adsorpsi berbeda-beda. Isoterm Langmuir biasanya lebih baik diterapkan untuk adsorpsi kimia, sedangkan isoterm BET akan lebih baik daripada isoterm Langmuir bila diterapkan untuk adsorpsi fisik.

3. Isoterm Freundlich

Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich juga didasarkan pada terbentuknya lapisan monolayer dari molekul-molekul adsorbat pada permukaan adsorben. Namun pada penetapan isoterm Freundlich permukaan adsorben bersifat heterogen.

Hubungan antara banyaknya zat yang teradsorpsi persatuan berat adsorben dengan konsentrasi yang teradsorpsi pada suhu tertentu dinyatakan sebagai:

$$\frac{x}{m} = k \times C^{1/n}$$

Keterangan:

x : jumlah zat yang teradsorpsi (gram)

m : jumlah adsorben (gram)

C: konsentrasi zat terlarut dalam larutan (setelah tercapai kesetimbangan)
(massa/volume)

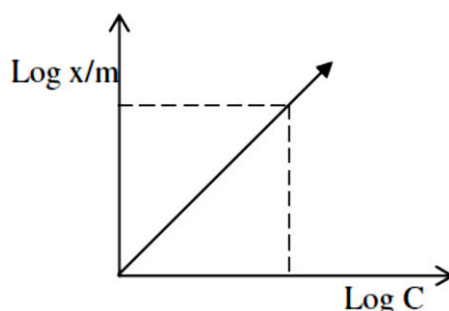
k : konstanta

n : konstanta

Jika konsentrasi adsorbat dalam adsorben (x/m) konsentrasi adsorbat dalam adsorben (x/m) dialurkan terhadap konsentrasi larutan (C) pada koordinat logaritmik, maka diperoleh persamaan:

$$\log \frac{x}{m} = \log k + \frac{1}{n} \log C$$

Persamaan diatas menggambarkan bahwa jika suatu proses adsorpsi mengikuti isoterm Freundlich, maka aluran $\log x/m$ terhadap $\log C$ akan memberikan kurva linear. Kurva isoterm adsorpsi Freundlich disajikan pada gambar berikut:



Gambar 10.2 Kurva Isoterm Adsorpsi Freundlich

Dengan menggunakan isoterm Freundlich dapat diketahui kapasitas suatu adsorben dalam menyerap suatu adsorbat, serta efisiensinya.

10.2 Alat dan Bahan

a. Alat :

- Cawan porselen dan penumbuk.
- Neraca analitik
- Labu erlenmeyer
- Buret
- Gelas ukur
- Corong
- Pipet volumetrik
- Kertas saring
- Alat pemanas
- Termometer

b. Bahan

- Karbon aktif
- Sampel air
- Air suling

10.3 Cara Kerja

1. Buatlah suatu larutan sampel air dalam air suling pada konsentrasi tertentu. Konsentrasi sebenarnya diukur dengan spektrofotometer (C_0).
2. Siapkan 6 buah gelas piala, lalu isi masing-masing gelas piala dengan 1000 mL larutan sampel air.
3. Timbang karbon aktif berturut-turut : 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 gram, lalu masukkan ke dalam gelas piala.
4. Hidupkan alat jartest, lalu atur kecepatannya sebesar 200 rpm selama 30 menit.
5. Setelah 30 menit, saring larutan dengan kertas saring whatman 42, lalu ukur konsentrasi larutan setelah proses adsorpsi (C_e).
6. Buat kurva isoterm menggunakan rumus:

$$\log \frac{x}{m} = \log k + \frac{1}{n} \log C_e$$

lalu tentukan nilai x , m , dan C_e .

Keterangan:

x : jumlah zat yang teradsorpsi (gram)

m : jumlah adsorben (gram)

C_e : konsentrasi zat terlarut dalam larutan (setelah tercapai kesetimbangan)
(massa/volume)

k : konstanta

n : konstanta

BAB XII

JARTEST

12.1 Pembahasan Umum

Percobaan Jarrest bertujuan menentukan dosis optimal koagulan dalam menurunkan nilai kekeruhan air atau menjernihkan air keruh dan berwarna. Kekeruhan dan warna pada air disebabkan adanya partikel-partikel stabil koloid di dalam air. Partikel itu berukuran antara 10^{-8} - 10^{-5} mm, sehingga sulit disaring walaupun menggunakan filter yang paling kecil (10^{-5} – $10^{-3,5}$ mm) sekalipun.

Permukaan partikel koloid umumnya bermuatan listrik yang sama pada setiap jenis air keruh, yaitu negatif. Adanya muatan yang sama pada partikel koloid tersebut menyebabkan terjadi saling tolak menolak antar partikel, sehingga partikel tidak bisa mendekat satu sama lain (menggumpal), melainkan akan terus melayang-layang pada medium air. Kondisi ini menggambarkan bahwa partikel tersebut stabil.

Destabilisasi partikel koloid dapat dilakukan dengan menambahkan koagulan kimia ke dalam air. Pada proses destabilisasi ini terbagi menjadi 2 tahap utama, yaitu:

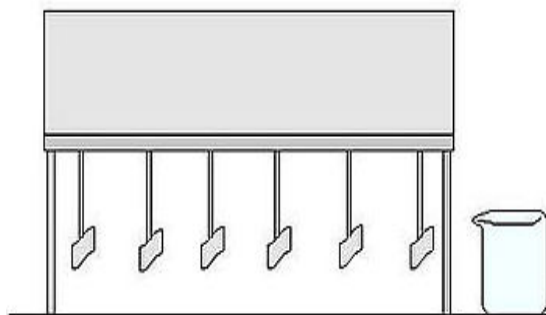
1. Netralisasi

Dalam air, koagulan yang diberikan akan terionisasi menjadi polikation yang dapat menetralkan partikel koloid negatif.

2. Flokulasi

Perbedaan muatan antara koagulan (positif) dan partikel koloid (negatif) akan menyebabkan keduanya saling mendekat, lalu beragregasi menjadi flok. Flok yang terbentuk akan mengendap ke dasar permukaan air dikarenakan beratnya lebih besar daripada partikel koloid awal, sehingga air pun akan jernih.

Penentuan dosis koagulan yang dibutuhkan dalam penjernihan air menggunakan metode ini dilakukan dengan membuat 1 unit alat jarrest yang dilengkapi dengan 6 (enam) buah gelas piala disertai pengaduk mekanik. Kecepatan pengadukan dapat diatur. Pertama-tama alat jarrest diatur dengan kecepatan tinggi agar partikel koloid dan polikation dari koagulan dapat bercampur dengan sempurna. Setelah itu alat jarrest diatur kecepatan yang lebih rendah untuk memberi kesempatan partikel yang sudah dinetralkan tersebut bisa saling bertumbukan dan bergabung membentuk flok.



Gambar 12.1. Susunan Alat Jarrest

12.2 Peralatan

- Alat Jarrest
- Gelas piala 500 mL
- Pipet Volume

12.3 Pereaksi

1. Poli Aluminium Klorida (PAC) 1000 mg/L
Bubuk PAC mengandung $\pm 30\%$ bahan aktif PAC. maka massa PAC yang dibutuhkan untuk membuat larutan 1000 mg/L adalah :
massa PAC yang dibutuhkan = $1000 \text{ mg/L} \times \frac{100}{30} = 3333,33 \text{ mg} = 3,33 \text{ g}$
Jadi,
Larutkan 3,33 g PAC dengan air suling, lalu tepatkan hingga volumenya 1000 mL.
2. Aluminium Sulfat/Tawas [$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$] 1000 mg/L
3. Flokulan : *Kuriflok 331* dan *Morrisflok*

12.4 Cara Kerja

a. Menentukan Jenis Koagulan

1. Siapkan 2 gelas piala 1000 mL.
2. Isi masing-masing gelas piala dengan 1000 mL sampel air.
3. Atur pH sampel air hingga pH = 7 dengan penambahan NaOH 1 N atau H₂SO₄ 1 N.
4. Hidupkan alat jarrest selama 30 detik
5. Tambahkan 1 ppm koagulan pada masing-masing gelas piala. Pada gelas piala 1, tambahkan PAC (Poli Aluminium Klorida), sementara gelas piala 2 ditambahkan aluminium sulfat/tawas.
6. Lakukan pengadukan cepat 140 rpm selama 2 menit.
7. Lanjutkan pengadukan dengan kecepatan 20 rpm selama 18 menit
8. Tentukan koagulan yang terbaik berdasarkan kekeruhan dan warna air, ukuran flok yang terbentuk, serta waktu pengendapannya.

b. Menentukan Konsentrasi Optimum Koagulan

1. Siapkan 6 gelas piala 1000 mL.
2. Isi masing-masing gelas piala dengan 1000 mL sampel air.
3. Tambahkan koagulan (jenis koagulan terbaik dari percobaan a) dengan konsentrasi masing-masing 1, 2, 3, 5, 7, 9 ppm.
4. Lakukan pengadukan cepat 140 rpm selama 2 menit.
5. Lanjutkan pengadukan dengan kecepatan 20 rpm selama 18 menit.
6. Tentukan konsentrasi koagulan yang memberikan hasil paling optimal, meliputi kekeruhan dan warna air, ukuran flok yang terbentuk, serta waktu pengendapannya.

c. Menentukan Jenis Flokulan (*Kuriflok* dan *Morrisflok*)

1. Siapkan 6 gelas piala 1000 mL.
2. Isi masing-masing gelas piala dengan 1000 mL sampel air.

3. Tambahkan koagulan (jenis koagulan dan konsentrasi terbaik dari percobaan b)
4. Lakukan pengadukan cepat 140 rpm selama 2 menit.
5. Lanjutkan pengadukan dengan kecepatan 20 rpm selama 18 menit
6. Tambahkan flokulan *Kuriflok* 1 ppm ke gelas piala 1, sementara gelas piala 2 ditambahkan flokulan *Morrisflok* 1 ppm.
7. Lanjutkan pengadukan dengan kecepatan 20 rpm selama 5 menit.
8. Tentukan flokulan yang memberikan hasil paling optimal, meliputi kekeruhan dan warna air, ukuran flok yang terbentuk, serta waktu pengendapannya.

d. Menentukan Dosis Flokulan

1. Siapkan 6 gelas piala 1000 mL.
2. Isi masing-masing gelas piala dengan 1000 mL sampel air.
3. Tambahkan koagulan (jenis koagulan dan konsentrasi terbaik dari percobaan a dan b).
4. Lakukan pengadukan cepat 140 rpm selama 1 menit
5. Lanjutkan pengadukan dengan kecepatan 20 rpm selama 5 menit
6. Tambahkan flokulan (hasil terbaik dari percobaan c) masing-masing sebanyak 1, 2, 3, 5, 7, 9 ppm.
7. Lakukan pengadukan kembali dengan kecepatan 20 rpm selama 5 menit.
8. Tentukan konsentrasi flokulan yang memberikan hasil paling optimal, meliputi kekeruhan dan warna air, ukuran flok yang terbentuk, serta waktu pengendapannya.

BAB XIII

PENENTUAN MINYAK DAN LEMAK

12.1 Pembahasan Umum

Penentuan minyak dan lemak dalam air dilakukan dengan penentuan hasil yang terekstrak dalam fasa organik, meliputi senyawa-senyawa hidrokarbon, asam lemak, sabun, lemak, malam (*wax*), minyak, dan lain-lain; tanpa spesifik menjelaskan jenis minyak dan lemak yang terekstrak.

Minyak dan lemak yang diukur merupakan senyawa yang terekstrak dalam pelarut organik *freon eter* atau n-heksana pada suasana asam yang mempunyai titik didih yang lebih tinggi dari titik didih pelarut organik pengeksrak.

Pada umumnya terdapat tiga jenis metode yang dapat digunakan untuk menentukan kadar lemak dan minyak dalam suatu larutan sampel, yaitu:

1. Metode Partisi-Gravimetri.

Penentuan minyak dan lemak dengan metode partisi-gravimetri didasarkan pada ekstraksi minyak dan lemak yang larut atau teremulsi dalam air menggunakan pelarut organik seperti freon, eter atau n-heksana.

2. Metode Infra Merah.

Metode infra merah dirancang untuk menentukan lemak dan minyak dalam larutan sampel yang berisi hidrokarbon yang mudah terbang dan dapat hilang pada saat penguapan pelarut pengeksrak. Metode ini juga cocok digunakan dalam sampel dengan kadar minyak dan lemak rendah, yaitu kurang dari 10 mg/L.

3. Metode Sokslet.

Metode sokslet dipilih apabila lemak relatif non polar dan larut dalam fraksi petroleum berat atau apabila lemak dan minyak yang sulit terbang, terbatas kelarutannya dalam pelarut freon.

Namun dalam percobaan kali ini hanya digunakan penetapan minyak dan lemak dengan metode partisi-gravimetri. Kelemahan penentuan minyak dan lemak menggunakan metode partisi-gravimetri dengan pelarut freon, eter, ataupun n-heksana adalah kemampuannya yang tidak spesifik melarutkan minyak dan lemak, namun juga zat organik lain yang terkandung dalam air. Selain itu pada tahap penguapan pelarut, dikhawatirkan ada senyawa hidrokarbon rantai pendek dan hidrokarbon aromatis sederhana yang ikut menguap. Hal-hal tersebut yang akan mengurangi keakuratan nilai konsentrasi minyak dan lemak dalam sampel.

12.2 Peralatan

- Corong pisah dengan kran teflon
- Gelas distilasi 125 ml
- Penangas air

12.3 Pereaksi

- Asam klorida, HCl 1:1

b. Pelarut organik, dapat dipilih salah satu :

- Freon (1,1,2-trikloro-1,2,2-trifluoro etana) (titik didih 47°C)
- n-heksana (titik didih 69°C)
- metil-tert.butil eter (55-56°C)

Catatan: Ketiga macam pelarut diatas dapat didistilasi ulang dan digunakan kembali.

c. Kertas saring, Whatman No. 40

d. Natrium sulfat, kristal Na₂SO₄ anhidrat.

12.4 Cara kerja

- Masukkan 100 mL sampel air ke dalam gelas piala, dan atur pH larutan menjadi 2 dengan penambahan HCl 1:1.
- Pindahkan air ke dalam corong pisah.
- Cuci gelas piala dengan 30 mL pelarut organik (n-hexana), lalu masukkan juga ke dalam corong pisah. Kocok.
- Ambil lapisan organik melalui corong (sudah dilapisi kertas saring), dan masukkan ke dalam labu destilasi.

Catatan: timbang dahulu labu destilasi, dan catat beratnya.

- Jika larutan keruh tambahkan 1 g Na₂SO₄ anhidrat;
- Tambahkan kembali 30 mL pelarut organik ke dalam corong pisah, lalu kocok. Diamkan hingga terbentuk dua fasa.
- Ambil lapisan organiknya, dan masukkan juga ke dalam labu destilasi yang sama.
- Lakukan destilasi pada suhu 80°C sambil divakumkan selama 1-2 menit sampai semua pelarut terpisahkan.
- Dinginkan labu distilasi dalam desikator selama 30 menit, lalu timbang.

12.5 Perhitungan

$$\text{Berat minyak dan lemak (mg/L)} = (A - B) \times \frac{1000}{\text{mL sampel}}$$

Keterangan:

A : Berat labu destilasi dan residu (gram)

B : Berat labu destilasi kosong (gram)

BAB XIV

PENETAPAN DETERGEN SEBAGAI MBAS

14.1 Pembahasan Umum

Penetapan detergen sebagai MBAS "*methylene blue active substances*" digunakan untuk mengukur kadar surfaktan anionik dalam air alamiah dan air limbah. Metode ini terdiri dari 3 tahapan, yaitu:

- 1) Ekstraksi larutan asam berair mengandung biru metilen berlebih dengan kloroform.
- 2) Pencucian dengan air.
- 3) Pengukuran warna biru dalam kloroform dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 652 nm.

Penetapan detergen sebagai MBAS ini dapat mengukur kadar MBAS dengan kisaran kadar 0,025-2,0 mg/L. Adapun zat yang dapat diukur dengan metode ini, yaitu detergen anionik bukan sabun yang berasal dari tipe sulfonat $[\text{RSO}_3]^- \text{Na}^+$, ester sulfat $[\text{ROSO}_3]^- \text{Na}^+$, dan non-ionik sulfat $[\text{REnOSO}_3]^- \text{Na}^+$. Alkil sulfonat linear (LAS) merupakan surfaktan anionik yang umum digunakan sebagai standar dalam metode MBAS.

14.2 Prinsip Penetapan

Surfaktan anionik berasal dengan biru metilen membentuk pasangan ion berwarna biru yang larut dalam pelarut organik. Intensitas pembentukan warna biru dalam fase organik selanjutnya diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 652 nm sebagai MBAS. Serapan yang terukur setara dengan kadar surfaktan anionik.

14.3 Peralatan

- Spektrofotometer
- Corong pisah 500 mL.
- Alat-alat gelas

14.4 Pereaksi

1. Larutan Induk LAS 1000 mg/L
Larutkan 1,0 g LAS dengan air suling, lalu tepatkan volumenya hingga 1000 mL (1 ml = 1 mg LAS). Simpan dalam lemari pendingin.
2. Larutan Standar LAS 100 mg/L
Pipet 10 mL larutan induk LAS ke dalam labu ukur 1000 mL, lalu tepatkan dengan air suling hingga tanda tera. Homogenkan. dan encerkan sampai 1000 ml. Larutan ini disiapkan tiap hari.
3. Indikator Fenolftalin 0,5 %

Larutkan 0,5 g fenolftalin dengan 50 mL alkohol 95 % di dalam gelas piala 250 mL. Tambahkan 50 mL air suling dan beberapa tetes larutan NaOH 0,02 N sampai warna merah muda.

4. Larutan NaOH 1 N

Larutkan 4,0 g NaOH dengan 50 mL air suling di dalam labu ukur 100 mL. Tambahkan air suling hingga tanda tera, homogenkan.

5. Asam sulfat H₂SO₄ 1 N

Pipet 2,8 mL H₂SO₄ 98% ($\rho = 1,8 \text{ g/mL}$) ke dalam labu ukur 1000 mL yang telah berisi kurang lebih 50 mL air. Tambahkan air suling hingga tanda tera, homogenkan.

6. Asam sulfat H₂SO₄ 6 N

Pipet 16,7 mL H₂SO₄ 98% ($\rho = 1,8 \text{ g/mL}$) ke dalam labu ukur 100 mL yang telah berisi kurang lebih 50 mL air. Tambahkan air suling hingga tanda tera, homogenkan.

7. Pereaksi Biru Metilen

- Larutkan 100 mg biru metilen dalam 100 mL air suling, homogenkan.
- Pipet 30 mL larutan tersebut dan masukkan ke dalam labu 1000 mL.
- Tambahkan 500 mL air suling, 41 mL H₂SO₄ 6 N dan 50 g natrium fosfat monohidrat (NaH₂PO₄·H₂O).
- Kocok hingga larut.
- Tambahkan air suling hingga tanda tera 1000 mL, homogenkan.

8. Larutan Pencuci

- Pipet 41 mL H₂SO₄ 6 N ke dalam labu 1000 mL yang sudah berisi air suling kurang lebih 500 mL.
- Tambahkan ke dalamnya 50 g NaH₂PO₄·H₂O, kocok hingga larut sempurna.
- Tambahkan air suling hingga tanda tera, lalu homogenkan.

9. Metanol

10. Hidrogen peroksida H₂O₂ 30 %

11. Isopropil alkohol (i-C₃H₇OH)

12. Kloroform, CHCl₃

Catatan: Zat ini beracun, jadi hindarkan untuk tidak menghirupnya secara langsung.

13. Serabut kaca (*glass-wool*) yang diekstraksi dengan kloroform untuk menghilangkan gangguan.

14.5 Cara Kerja

1. Pembuatan Kurva Kalibrasi

- Pipet larutan standar LAS 100 mg/L masing-masing sebanyak 0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0; 13,0; 15,0; dan 20,0 ml dan masukkan ke dalam labu ukur 100 ml.
- Tepatkan dengan air suling sampai tanda tera, homogenkan.
Maka akan diperoleh konsentrasi larutan berturut-turut : 0,0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0; 13,0; 15,0 dan 20,0 mg/L.

- Masukkan larutan-larutan tersebut masing-masing ke dalam corong pisah 250 mL.
 - Tambahkan masing-masing 25 mL larutan biru metilen, 10 mL kloroform, lalu kocok dengan kuat selama 30 detik dengan sesekali membuka tutup corong pisah untuk mengeluarkan gas. Perlakuan ini dilakukan di ruang asam.
 - Diamkan hingga terbentuk dua fasa. Goyangkan corong pisah perlahan jika terbentuk emulsi. Tambahkan sedikit isopropil alkohol sampai emulsinya hilang.
 - Pisahkan lapisan bawah (lapisan kloroform), tampung ke corong pisah lain.
 - Ekstraksi kembali fasa air dalam corong pisah dengan mengulangi penambahan 25 mL larutan biru metilen, 10 mL kloroform, lalu kocok dengan kuat selama 30 detik dengan sesekali membuka tutup corong pisah untuk mengeluarkan gas. Perlakuan ini dilakukan sebanyak dua kali.
 - Satukan semua fasa kloroform yang telah ditampung, lalu tambahkan 50 mL larutan pencuci. Kocok kuat-kuat selama 30 detik.
 - Diamkan hingga terbentuk dua fasa, goyangkan perlahan.
 - Keluarkan lapisan bawah (fasa kloroform) melalui *glass wool*, lalu tampung ke dalam labu ukur 100 mL.
Sementara kepada fasa air yang masih berada dalam corong pisah, ditambahkan 10 mL kloroform. Kocok dengan kuat selama 30 detik.
 - Diamkan hingga terbentuk dua fasa, goyangkan perlahan.
 - Keluarkan lapisan bawah (fasa kloroform) melalui *glass wool*, lalu tampung ke dalam labu ukur yang sudah berisi fasa kloroform hasil pisahan sebelumnya.
 - Ekstraksi kembali fasa air dalam corong pisah dengan mengulangi penambahan 10 mL kloroform, lalu kocok dengan kuat selama 30 detik. Diamkan hingga terbentuk dua fasa. Selanjutnya keluarkan fasa kloroform, dan satukan semua fasa kloroform.
 - Tepatkan dengan kloroform hingga tanda tera. Homogenkan.
 - Ukur masing-masing larutan standar dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 652 nm (blanko: kloroform), dan catat serapannya.
 - Buat kurva kalibrasi dari hasil pengukuran, dan tentukan persamaan garis lurusnya.
2. Perlakuan Pendahuluan
Untuk mencegah gangguan sulfida, ke dalam larutan sampel ditambahkan beberapa tetes H₂O₂ 30 %.
 3. Penetapan Detergen sebagai MBAS
 - Pipet sampel sebanyak jumlah perkiraan konsentrasi MBAS (Lihat tabel 3) ke dalam corong pisah.

Tabel 3. Volume Sampel yang dibutuhkan berdasarkan perkiraan konsentrasi MBAS

| Konsentrasi MBAS yang diperkirakan (mg/L) | Jumlah sampel yang diambil (mL) |
|-------------------------------------------|---------------------------------|
| 0,025-0,080 | 400 |
| 0,080-0,40 | 250 |
| 0,41-210 | 100 |

Jika kadar MBAS lebih dari 2 mg/L, maka encerkan larutan sampel sedemikian rupa menjadi 100 mL, sehingga diperoleh konsentrasi MBAS berkisar antara 40-200 µg dalam 100 mL.

- Tambahkan 3-5 tetes indikator fenolftalin, lalu tambahkan larutan NaOH 1 N tetes demi tetes ke dalam larutan sampel hingga timbul warna merah muda seulas. Selanjutnya hilangkan warna merah muda tersebut dengan penambahan H₂SO₄ tetes demi tetes.
 - Tambahkan masing-masing 25 mL larutan biru metilen, 10 mL kloroform, lalu kocok dengan kuat selama 30 detik dengan sesekali membuka tutup corong pisah untuk mengeluarkan gas. Perlakuan ini dilakukan di ruang asam.
 - Diamkan hingga terbentuk dua fasa. Goyangkan corong pisah perlahan jika terbentuk emulsi. Tambahkan sedikit isopropil alkohol sampai emulsinya hilang.
 - Pisahkan lapisan bawah (lapisan kloroform), tampung ke labu ukur 50 mL.
 - Ekstraksi kembali fasa air dalam corong pisah dengan mengulangi penambahan 25 mL larutan biru metilen, 10 mL kloroform, lalu kocok dengan kuat selama 30 detik dengan sesekali membuka tutup corong pisah untuk mengeluarkan gas. Perlakuan ini dilakukan sebanyak dua kali.
 - Satukan semua fasa kloroform yang telah ditampung, lalu tambahkan 50 mL larutan pencuci. Kocok kuat-kuat selama 30 detik.
 - Diamkan hingga terbentuk dua fasa, goyangkan perlahan.
 - Keluarkan lapisan bawah (fasa kloroform) melalui *glass wool*, lalu tampung ke dalam labu ukur 100 mL.
- Sementara kepada fasa air yang masih berada dalam corong pisah, ditambahkan 10 mL kloroform. Kocok dengan kuat selama 30 detik.
- Diamkan hingga terbentuk dua fasa, goyangkan perlahan.
 - Keluarkan lapisan bawah (fasa kloroform) melalui *glass wool*, lalu tampung ke dalam labu ukur yang sudah berisi fasa kloroform hasil pisahan sebelumnya.
 - Ekstraksi kembali fasa air dalam corong pisah dengan mengulangi penambahan 10 mL kloroform, lalu kocok dengan kuat selama 30 detik. Diamkan hingga terbentuk dua fasa. Selanjutnya keluarkan fasa kloroform, dan satukan semua fasa kloroform.
 - Tepatkan dengan kloroform hingga tanda tera. Homogenkan.

- Ukur serapan larutan standar dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 652 nm (blanko: kloroform), dan alurkan pada kurva kalibrasi yang telah dibuat untuk memperoleh konsentrasi MBAS.

14.6 Perhitungan

Kadar detergen sebagai MBAS (mg/L) = $C \times fp$

Keterangan:

C : konsentrasi MBAS yang diperoleh dari kurva kalibrasi (mg/L)

fp : faktor pengenceran, perbandingan volume akhir sampel setelah diencerkan dengan volume awalnya

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. (2004). SNI 06-6989.1-2004. *Air dan Air Limbah – Bagian 1: Cara Uji Daya Hantar Listrik (DHL)*.
- Anonim. (2004). SNI 06-6989.3-2004. *Air dan Air Limbah – Bagian 3: Cara Uji Padatan Tersuspensi Total (Total Suspended Solid, TSS) secara Gravimetri*.
- Anonim. (2004). SNI 06-6989.9-2004. *Air dan Air Limbah – Bagian 9: Cara Uji Nitrit (NO₂-N) secara Spektrofotometri*.
- Anonim. (2004). SNI 06-6989.10-2004. *Air dan Air Limbah – Bagian 10: Cara Uji Minyak dan Lemak secara Gravimetri*.
- Anonim. (2004). SNI 06-6989.12-2004. *Air dan Air Limbah – Bagian 12: Cara Uji Kesadahan Total Kalsium (Ca) dan Magnesium (Mg) dengan Metode Titrimetri*.
- Anonim. (2004). SNI 06-6989.22-2004. *Air dan Air Limbah – Bagian 22: Cara Uji Nilai Permanganat secara Titrimetri*.
- Anonim. (2005). SNI 06-6989.25-2005. *Air dan Air Limbah – Bagian 25: Cara Uji Kekeruhan dengan Nefelometer*.
- Anonim. (2005). SNI 06-6989.27-2005. *Air dan Air Limbah – Bagian 27: Cara Uji Kadar Padatan Terlarut Total Secara Gravimetri*.
- Anonim. (2005). SNI 06-6989.51-2005. *Air dan Air Limbah – Bagian 51: Cara Uji Kadar Surfaktan Anionik dengan Spektrofotometer secara Biru Metilen*.
- Anonim. (2009). SNI 6898.2:2009. *Air dan Air Limbah – Bagian 2: Cara Uji Kebutuhan Oksigen Kimiawi (Chemical Oxygen Demand/COD) dengan Refluks Tertutup Secara Titrimetri*.
- Anonim. (2009). SNI 6898.19:2009. *Air dan Air Limbah – Bagian 19: Cara Uji Klorida (Cl⁻) dengan Metode Argentometri*.
- Anonim. (2009). SNI 6989.20:2009. *Air dan Air Limbah – Bagian 20: Cara Uji Sulfat (SO₄²⁻) secara Turbidimetri*.
- Anonim. (2009). SNI 6989.72:2009. *Air dan Limbah – Bagian 72: Cara Uji Kebutuhan Oksigen Biokimia (Biochemical Oxygen Demand/BOD)*.
- Anonim. (2011). SNI 6989.80:2011. *Air dan Air Limbah – Bagian 80: Cara Uji Warna secara Spektrofotometri*.
- Anonim. (2013). *Buku Penuntun Praktikum Kimia Lingkungan*. Depok: Departemen Teknik Lingkungan Universitas Indonesia.
- Sawyer, Clair N., M. L. Perry & Parkin, Gene F. (1960). *Chemistry for Environmental Engineering 4th Edition*. United States: Mc. GrawHill.
- Greenberg, A.E., L.S. Clesceri & A.D. Eaton. (1995). *Standard Methods for Examination of Water and Wastewater*. APHA, AWWA, WPCF. 19th Edition. United States: United Book Press, Inc.
- Wicaksono, W. & M. Lindu. (1990). *Konstituen Organik dalam Ekosistem Perairan*. Jakarta: Universitas Trisakti.
- Willard, H.H., L.L. Merrit., J.A Dean & F.A Settle. (1988). *Instrumental Methods of Analysis 7th Edition*. New York: Woodsworth Publ. Co.

Wisnuprpto. (1989). *Petunjuk Laboratorium Lingkungan Air*. Bandung: Pusat Antar Universitas Bioteknologi, Institut Teknologi Bandung.