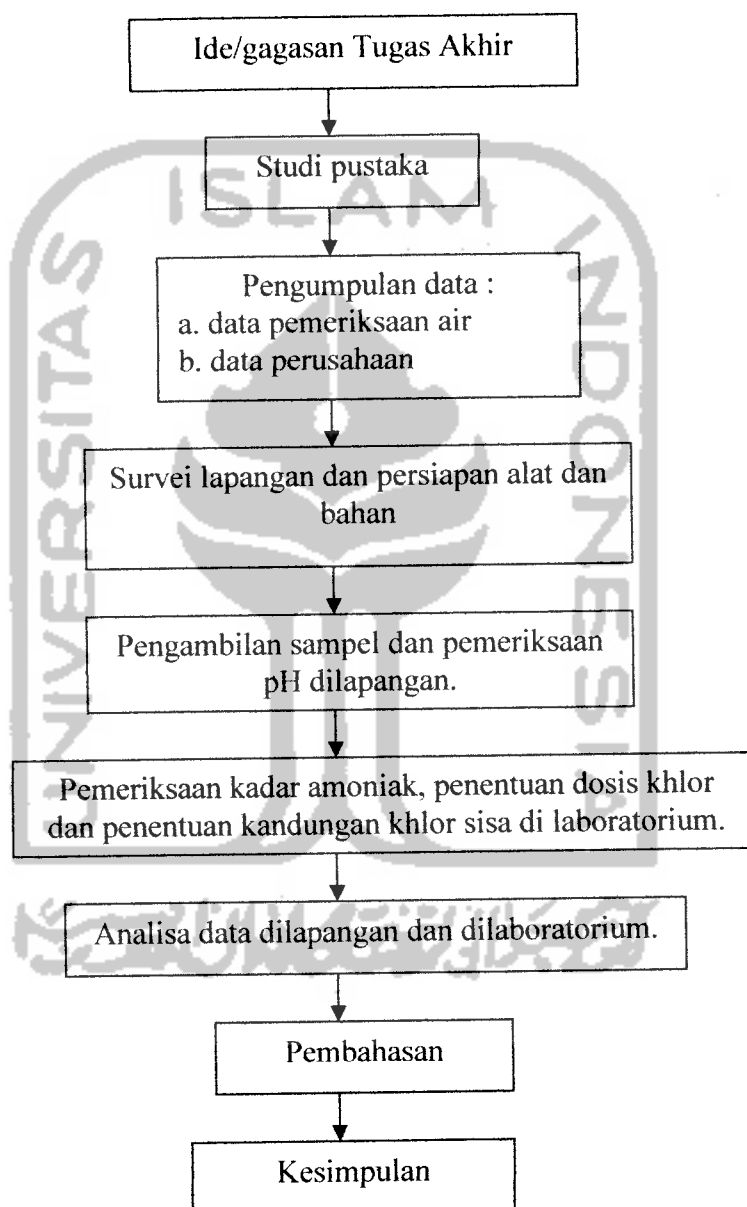


BAB IV
METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Metode Penelitian



Gambar 4.1 Diagram Alir Penelitian Penurunan Kadar Amoniak dengan
Breakpoint Khlorinasi

4.2 Cara Uji Kadar Amoniak Dalam Air

Untuk menguji besarnya kandungan ammonia dalam air digunakan metode Nessler spektrofotometri (AWWA 4500-NH₃ C).

a. Peralatan

1. Spektrofotometer dengan panjang gelombang 400-425nm
2. Kuvet dengan ketebalan tembus cahaya 1 cm atau lebih
3. Kertas pH
4. Tabung Nessler 50 ml
5. Alat-alat gelas

b. Pereaksi

- 1) Larutan sediaan baku ammonium 1 ml = 1 mg N

Larutkan 3,819 g NH₄Cl yang telah dikeringkan pada suhu 100° C selama 2 jam ke dalam labu ukur 1 liter dengan air dan encerkan sampai pada batas dan kocok.

- 2) Larutan siapan baku ammonium 1 ml = 10 µg N

Pipet 10,0 ml larutan sediaan baku amonium yang telah dibuat sebelumnya, masukkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai batas, dan kocok.

- 3) Larutan Kalium Natrium Tartrat

- a. Larutkan 50 g KNaC₄H₄O₆.4H₂O ke dalam 100 ml air

- b. Didihkan larutan hingga kira-kira berkurang 30 ml untuk membebaskan ammonianya, setelah dingin, larutkan sampai 100 ml.

4) Larutan pereaksi Nessler

- a. Larutkan 100 g HgI_2 dan 70 g KI ke dalam sedikit air, masukkan ke dalam 500 ml larutan dingin yang mengandung 160 g NaOH sambil terus diaduk dengan hati-hati.
- b. Simpan dalam botol plastic berwarna gelap di tempat dingin.

c. Cara Kerja

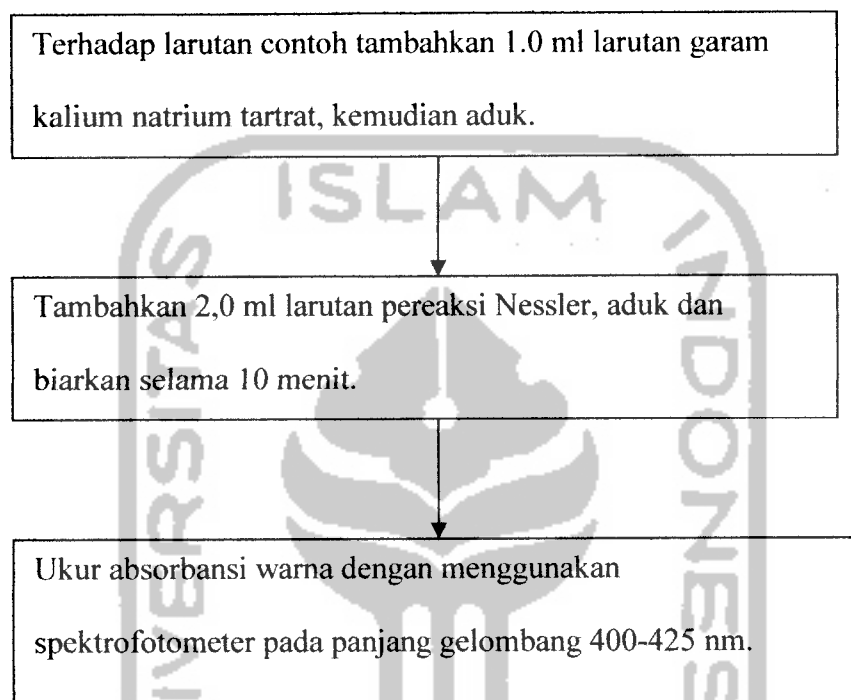
1) Pembuatan kurva kalibrasi

- a. Siapkan beberapa tabung Nessler yang sejenis, kering, bersih, dalam rak yang dasarnya putih dan terang.
- b. Pipet berturut-turut larutan siapan standar ammonium : 0,2 : 0,4 : 0,7 : 1,0 : 1,4 : 1,7 : 2,0 : 2,5 : 3,0 : 3,5 : 4,0 : 4,5 : 5,0 : dan 6,0 ml, masukkan ke dalam tabung Nessler.
- c. Tambahkan air sampai volume masing-masing menjadi 50 ml.
- d. Ke dalam tabung Nessler lainnya masukkan 50 ml air sebagai blanko.
- e. Tambahkan ke dalam masing-masing tabung Nessler 1,0 ml larutan garam kalium natrium tartrat, kemudian aduk.
- f. Tambahkan 2,0 ml larutan pereaksi Nessler, aduk dan biarkan selama 10 menit.
- g. Ukur absorbansi warna dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 400-425 nm.

2) Cara penetapan

- a. Terhadap larutan contoh tambahkan 1.0 ml larutan garam kalium natrium tartrat, kemudian aduk.

- b. Tambahkan 2,0 ml larutan pereaksi Nessler, aduk dan biarkan selama 10 menit.
- c. Ukur absorbansi warna dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 400-425 nm.



Gambar 4.2 Diagram Alir Penetapan Kadar Ammonium dalam Air

4.3 Cara Penentuan Dosis Kebutuhan Khlorin

a. Peralatan

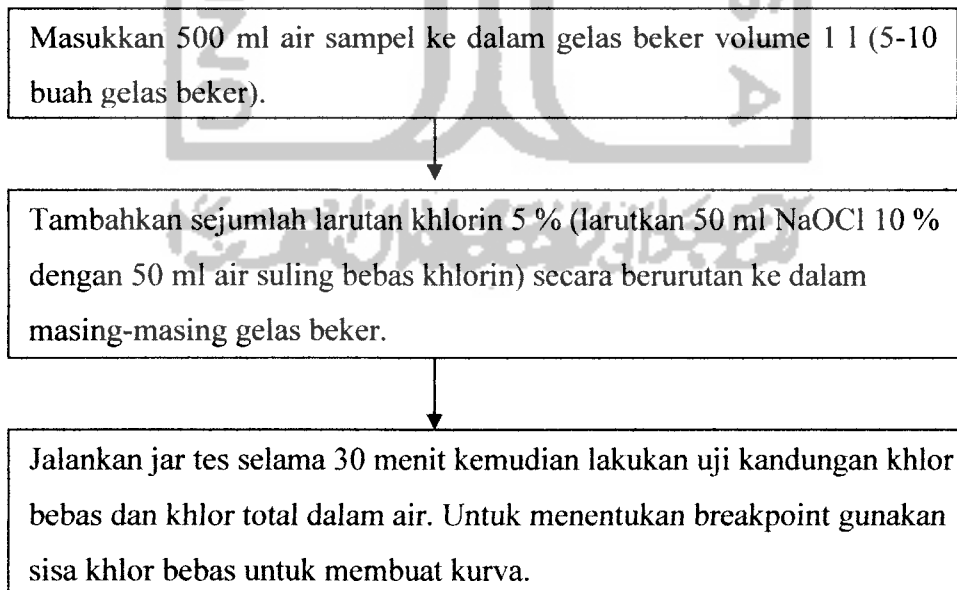
1. Gelas beker volume 1 liter.
2. Jar test
3. Micropipetor 10-100 μ l

b. Bahan

Larutan khlorin 5% (larutkan 50 ml larutan khlorin 10% dengan 50 ml air suling bebas ammonia)

c. Cara kerja

1. Masukkan 500 ml air sampel ke dalam gelas beker volume 1 l (5-10 buah gelas beker).
2. Tambahkan sejumlah larutan khlorin 5 % (larutkan 50 ml NaOCl 10 % dengan 50 ml air suling bebas khlorin) secara berurutan ke dalam masing-masing gelas beker (misal : 1, 2 , 4, 5, dan 10 mg/l). Ingat bahwa 10 μ l larutan khlorin setara dengan 1 mg/l dosis khlorin.
3. Jalankan jar tes selama 30 menit kemudian lakukan uji kandungan khlor bebas dan khlor total dalam air. Untuk menentukan breakpoint gunakan sisa khlor bebas untuk membuat kurva.



Gambar 4.3 Diagram Alir Penentuan Dosis Kebutuhan Khlorin

4.4 Penentuan Kandungan Klor Sisa

Kandungan klor sisa ditentukan dengan menggunakan metode DPD *ferrous titrimetric* (Standard Methods, 20th edition 1998).

a. Peralatan

1. Tabung titrasi
2. Erlenmeyer
3. Pipet ukur

b. Bahan

- 1) Larutan buffer fosfat

Larutkan 24 g Na_2HPO_4 dan 46 g KH_2PO_4 ke dalam air suling. Campurkan dengan 100 ml air suling yang mengandung 800 mg disodium ethylenediamine tetraacetate dehydrate (EDTA)

- 2) Bubuk DPD

- 3) Larutan standar FAS (*ferrous ammonium sulfate*)

Larutkan 1,106g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ke dalam 1 ml air yang mengandung 1 + 3 H_2SO_4 dan larutkan hingga volume 1 liter.

- 4) Kristal KI

c. Cara kerja

Khlor bebas atau khloramine: masukkan 5 ml buffer fosfat dan larutan DPD indicator ke dalam tabung titrasi dan campurkan (atau bisa digunakan 500 mg bubuk DPD). Tambahkan 100 ml air sampel dan campurkan.

- a. Khlor bebas : titrasi dengan cepat dengan menggunakan larutan titrasi standar FAS sampai warna merah hilang.

- b. Monokloramine : tambahkan 0,5 mg kristal KI atau 2 tetes larutan KI dan aduk. Lanjutkan titrasi sampai warna merah hilang kembali.
- c. Dikhloramin : tambahkan 1 g kristal KI dan aduk sampai terlarut. Biarkan selama 2 menit dan lanjutkan titrasi sampai warna merah hilang.
- d. Nitrogen trichloride : masukkan 0,5 mg kristal KI atau 0,1 ml larutan KI kedalam tabung titrasi. Tambahkan 100 ml sampel dan aduk. Tambahkan isinya kedalam botol kedua yang mengandung 5 ml buffer fosfat dan indikator DPD (atau tambahkan 500 mg bubuk DPD langsung ke botol pertama). Titrasi dengan cepat dengan menggunakan standar FAS sampai warna merah hilang.

Masukkan 5 ml buffer fosfat dan larutan DPD indikator ke dalam tabung titrasi dan campurkan (atau bisa digunakan 500 mg bubuk DPD). Tambahkan 100 ml air sampel dan campurkan.

Titrasi dengan cepat dengan menggunakan larutan titrasi standar FAS sampai warna merah hilang.

Gambar 4.4 Diagram Alir Penentuan Kandungan Klor Sisa