

## LAMPIRAN A

### PROSEDUR ANALISIS LABORATORIUM

#### 1. Analisis COD

Prosedur analisis:

- 1) Air sampel diawetkan terlebih dahulu dengan menambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat sampai pH air sampel kurang dari 2, lalu disimpan di dalam kulkas dengan temperatur  $4^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  dengan waktu penyimpanan maksimal 7 hari.
- 2) Pertama-tama, air sampel diencerkan 10-100x.
- 3) Pipet volume sampel air sebanyak 2,5 mL ke dalam tabung kultur, tambahkan *digestion solution* tinggi sebanyak 1,5 mL, lalu tambahkan larutan pereaksi asam sulfat sebanyak 3,5 mL.
- 4) Tutup tabung dan kocok sampai homogen.
- 5) Tabung dipanaskan pada suhu  $150^\circ\text{C}$  selama 2 jam.
- 6) Setelah 2 jam, tabung didinginkan terlebih dahulu sampai  $\pm$  suhu ruang.
- 7) Ukur absorbansinya melalui spektrofotometri.

Perhitungan:

$$\text{Nilai COD} = C \times f$$

C = nilai COD sampel (mg/l)

f = faktor pengenceran

#### 2. Analisis BOD

Prosedur analisis:

- 1) Mengambil air sampel sesuai pengenceran. Untuk penelitian dilakukan pengenceran sebesar 100 dan 1000x. Air sampel yang sudah diambil lalu dimasukkan kedalam winkler.
- 2) Tambahkan 1 mL  $\text{MnSO}_4$  dan 1 mL larutan alkali iodida azida dengan ujung pipet tepat diatas permukaan larutan.
- 3) Tutup segera dan homogenkan hingga terbentuk gumpalan sempurna.
- 4) Biarkan endapan mengendap selama 5 sampai 10 menit.
- 5) Tambahkan 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat lalu tutup kembali. Homogenkan hingga endapan larut sempurna.
- 6) Pipet 50 mL kedalam erlenmeyer 150 mL. Untuk penelitian ini dilakukan analisis secara duplo.

7) Titrasi dengan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan indikator amilum/kanji sampai warna biru tepat hilang.

Perhitungan:

$$\text{Nilai DO} = \frac{V \times N \times 8000 \times F}{50}$$

V = mL  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

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

F = faktor (volume botol dibagi volume botol dikurangi volume pereaksi  $\text{MnSO}_4$  dan alkali iodida azida)

### 3. Analisis TSS

Prosedur analisis:

- 1) Mengeringkan kertas saring kosong di dalam oven selama  $\pm 30$  menit yang sebelumnya sudah dibasahi oleh aquade.
- 2) Memasukkan kertas saring dari oven ke desikator selama 1 jam. Setelah itu timbang kertas di timbangan analitik. Didapatkan nilai berat kosong kertas.
- 3) Mengambil air sampel sebanyak 50 mL. Masukkan air sampel ke dalam kertas saring lalu tunggu sampai tersaring semua.
- 4) Kertas saring dikeringkan kedalam oven selama 1 jam dengan suhu  $100-105^\circ\text{C}$ .
- 5) Kertas saring dimasukkan ke dalam desikator selama 1 jam. Setelah itu ditimbang di timbangan analitik. Didapatkan nilai berat akhir.

Perhitungan:

$$\text{Nilai TSS} = \frac{(A-B) \times 1000}{\text{volume sampel}}$$

A = berat kertas saring + residu kering, mg

B = berat awal kertas saring, mg

### 4. Analisis TDS

Prosedur analisis:

Analisis TDS dilakukan secara *in-site* dengan menggunakan alat pengukur TDS meter.

### 5. Analisis Sulfida

Prosedur analisis:

- 1) Mengambil larutan iodine 0,025 N sebanyak 5 mL lalu dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL. Tambahkan aquades  $\pm 15$  mL.
- 2) Tambahkan 2 mL HCL 6N. Lalu masukkan sampel air sebanyak 200 mL secara

- kuantitatif dengan mengatur ujung pipet berada di bawah permukaan larutan.
- 3) Jika warna iodine hilang, maka tambahkan lagi larutan iodine sampai warna kuning muda (catat total volume iodine yang digunakan).
  - 4) Titrasi menggunakan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan beberapa tetes indikator amilum sampai warna biru muda, titrasi kembali sampai warna biru muda menghilang.

Perhitungan:

$$\text{Nilai } S^- = [(A \times B) - (C \times D)] \times \frac{16000}{V} \times \frac{V_2}{V_1}$$

A = volume larutan iodine, mL

B = normalitas larutan iodine

C = volume larutan natrium tiosulfat, mL

D = normalitas natrium tiosulfat

V = volume air sampel

$V_2$  = volume akhir, mL

$V_1$  = volume awal, mL

#### 6. Analisis Krom total

Prosedur analisis:

- 1) Mengawetkan terlebih dahulu sampel air apabila tidak segera diujikan. Pengawetan dilakukan dengan penambahan larutan  $\text{HNO}_3$  pekat sampai pH air sampel kurang dari 2. Sampel ini bisa bertahan sampai 6 bulan.
- 2) Mengambil air sampel sebanyak 100 mL lalu dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer. Lakukan destruksi sampai air sampel menjadi  $\pm 5-10$  mL.
- 3) Pindahkan air sampel ke dalam labu ukur 10 mL dengan menggunakan corong dan kertas saring apabila air sampel masih keruh. Mampatkan dengan aquades sampai volume 10 mL.
- 4) Pindahkan larutan kedalam tabung vial dengan melakukan pengenceran terlebih dahulu. Untuk penelitian ini dilakukan pengenceran 10-100x.
- 5) Sampel diukur menggunakan alat AAS (*Atomic Absorption Spektrometri*).

Perhitungan:

$$\text{Nilai Krom total} = C \times f$$

C = nilai Krom sampel (mg/l)

f = faktor pengenceran

#### 7. Analisis Amonia

Prosedur analisis:

- 1) Mengawetkan terlebih dahulu sampel air apabila tidak segera diujikan. Pengawetan dilakukan dengan penambahan larutan  $H_2SO_4$  sampai pH kurang dari 2. Sampel ini bisa bertahan selama 2 hari.
- 2) Pipet 25 mL sampel air ke dalam labu erlenmeyer 50 mL.
- 3) Tambahkan 1 mL larutan fenol, lalu homogenkan.
- 4) Tambahkan 1 mL larutan natrium nitroprusid, lalu homogenkan.
- 5) Tambahkan 2,5 mL larutan pengoksidasi, lalu homogenkan.
- 6) Tutup labu erlenmeyer menggunakan plastik parafin, lalu biarkan selama 1 jam sampai terbentuk warna biru.
- 7) Ukur larutan menggunakan alat spektrofotometer dengan panjang gelombang 640 nm.

Perhitungan:

$$\text{Nilai Amonia} = C \times f$$

C = nilai amonia sampel (mg/l)

f = faktor pengenceran

#### 8. Analisis Minyak & Lemak

Prosedur analisis:

- 1) Mengawetkan terlebih dahulu sampel air apabila tidak segera diujikan. Pengawetan dilakukan dengan penambahan larutan  $H_2SO_4$  pekat sampai pH air sampel kurang dari 2.
- 2) Mengeringkan terlebih dahulu gelas beaker yang telah dibasahi aquades sebelumnya ke dalam oven  $\pm 30$  menit. Lalu dinginkan ke dalam desikator selama 1 jam. Ukur berat awal gelas beaker.
- 3) Ambil sebanyak 100 mL air sampel lalu dimasukkan ke dalam corong pisah. Masukkan larutan n-heksane sebanyak 10 mL.
- 4) Homogenkan dengan cara dikocok  $\pm 3$  kali dengan setiap kocok saluran udara dibuka agar gas didalam dapat keluar.
- 5) Di dalam corong pisah terlihat ada perbedaan air, bagian atas merupakan lapisan minyak dan lapisan bawah merupakan sampel air.
- 6) Keluarkan kedua lapisan dengan cara mengeluarkan lapisan bawah ke dalam gelas beaker biasa, sedangkan lapisan atas ke dalam gelas beaker yang sebelum

terdapat perlakuan.

- 7) Ulangi langkah 3-6 sekali lagi.
- 8) Lapisan minyak yang telah diambil lalu dipanaskan menggunakan alat *waterbath* selama 24 jam.
- 9) Menimbang gelas beaker yang sudah kering untuk mendapatkan berat akhir.

Perhitungan:

$$\text{Nilai Minyak lemak} = \frac{(A-B) \times 1000}{\text{volume sampel}}$$

A = berat gelas beaker + ekstrak, mg

B = berat awal gelas beaker, mg

#### 9. Analisis pH dan Suhu

Prosedur Analisis:

Analisis pH dan suhu dilakukan secara *in-site* dengan menggunakan alat pH meter dan termometer.

#### 10. Analisis MLSS

Prosedur Analisis:

1. Kertas saring dan cawan porselen dibasahi menggunakan aquades lalu dikeringkan dalam oven selama 1 jam pada suhu 105°C. Setelah itu kertas saring dan cawan porselen dimasukkan ke desikator selama 1 jam. Timbang di neraca analitik untuk mengetahui berat cawan (mg) dan kertas saring awal (mg).
2. Ambil beberapa volume air sampel + lumpur (mL) yang telah dihomogenkan. Air sampel + lumpur disaring sampai air tersaring semua. Untuk pengendapan secara gravitasi bisa memakan waktu selama 24 jam, jika menggunakan *vacuum filter* bisa lebih cepat.
3. Cawan dan kertas saring yang telah berisi endapan lumpur lalu dikeringkan ke dalam oven selama 1 jam dengan suhu 100-105°C.
4. Cawan dan kertas saring lalu dimasukkan ke dalam desikator selama 1 jam. Lalu ditimbang berat akhir (mg) menggunakan neraca analitik.

Perhitungan:

$$\text{MLSS} = \frac{(\text{berat akhir} - \text{berat awal}) \times 1000}{\text{volume sampel}}$$

#### 11. Analisis MLVSS

Prosedur Analisis:

1. Cawan porselen yang berisi kertas saring dan residu kering lalu dimasukkan ke dalam furnace dengan suhu 550°C selama 1 jam. Tunggu furnace dingin minimal 6 jam sebelum mengambil sampel.
2. Cawan porselen yang berisi residu lalu dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 100-105°C selama 1 jam.
3. Cawan porselen lalu dimasukkan kedalam desikator selama minimal 1 jam.
4. Timbang berat akhir menggunakan neraca analitik.

Perhitungan:

$$MLVSS \text{ (mg/l)} = \frac{(\text{berat akhir} - \text{berat awal}) \times 1000}{\text{volume sampel}}$$

## 12. Analisis SVI

Prosedur Analisis:

1. Mengambil air sampel dan lumpur yang telah dihomogenkan sekitar 1 liter. Masukkan air sampel tersebut ke dalam labu ukur atau kerucut inhoff berukuran 1 liter. Tunggu pengendapan selama 30 menit. Setelah itu catat berapa ml pengendapannya untuk mendapatkan nilai SV<sub>30</sub>.

Perhitungan:

$$SVI \text{ (mg/l)} = \frac{SV_{30} \times 1000}{MLSS}$$

