

PERCOBAAN I. PENGUJIAN KADAR COD LIMBAH CAIR

1. Ruang Lingkup

Metode ini digunakan untuk pengujian kebutuhan oksigen kimiawi (KOK) dalam air dan air limbah dengan reduksi $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$ secara spektrofotometri pada kisaran nilai KOK 100 mg/L sampai dengan 900 mg/L pada panjang gelombang ± 600 nm.

2. Istilah dan Definisi

2.1. larutan induk

adalah larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah.

2.2. larutan baku

larutan induk yang diencerkan dengan air suling bebas organik, dengan kadar lebih rendah dari larutan induk

2.3. larutan kerja

adalah larutan baku yang diencerkan dengan air suling bebas organik digunakan untuk membuat kurva kalibrasi dan mempunyai kisaran nilai tertentu (contoh : 0,0 mg/L; 100 mg/L; 150 mg/L dan seterusnya)

2.4. larutan blanko atau air suling bebas organik

adalah air suling (aquades) yang tidak mengandung organik atau mengandung organik dengan kadar yang lebih rendah dari batas deteksi.

2.5. kurva kalibrasi

adalah grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

2.6. blind sample

adalah larutan baku dengan kadar tertentu

2.7. spike matrix

adalah contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku kadar tertentu

2.8. SRM (Standard Reference Material)

adalah bahan standar tertelusur ke sistem nasional.

2.9. CRM (Certified Reference Material)

adalah bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional.

3. Cara Uji

3.1. Prinsip

KOK (Chemical Oxygen Demand = COD) adalah jumlah oksidan $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$ yang bereaksi dengan contoh uji dan dinyatakan sebagai mg O_2 untuk setiap 1000 ml contoh uji.

Senyawa organik dan an organik, terutama organik dalam contoh uji dioksidasi oleh $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$ dalam refluks tertutup menghasilkan Cr^{+3} . jumlah oksidan dinyatakan dalam ekuivalen oksigen (O_2 mg/L) diukur secara spektrofotometer sinar tampak, $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$ kuat mengabsorpsi pada panjang

gelombang 400 nm dan Cr^{+3} kuat mengabsorpsi pada panjang gelombang 600 nm.

Untuk nilai KOK 100 mg/L sampai dengan 900 mg/L ditentukan kenaikan Cr^{3+} pada panjang gelombang 600 nm. Pada contoh uji yang lebih tinggi dilakukan pengenceran terlebih dahulu sebelum pengujian. Untuk nilai KOK yang lebih rendah atau sama dengan 90 mg/L ditentukan dengan pengurangan konsentrasi $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$ pada panjang gelombang 420 nm.

3.2. Reagen (Bahan Pereaksi)

a. Air suling bebas organik

b. Larutan pencerna (digestion solution) pada kisaran konsentrasi tinggi
Tambahkan 10.216 gr $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang telah dikeringkan pada suhu 150 C selama 2 jam kedalam 500 ml aquades. Tambahkan 167 ml H_2SO_4 pekat dan 33.3 gr HgSO_4 . Larutkan dan dinginkan pada suhu ruang dan encerkan sampai suhu 1000 ml.

c. Larutan pencerna (digestion solution) pada kisaran konsentrasi rendah
Tambahkan 1.022 gr $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang telah dikeringkan pada suhu 150 C selama 2 jam kedalam 500 ml aquades. Tambahkan 167 ml H_2SO_4 pekat dan 33.3 gr HgSO_4 . Larutkan dan dinginkan pada suhu ruang dan encerkan sampai suhu 1000 ml.

d. Larutan pereaksi Asam Sulfat

Tambahkan serbuk atau kristal Ag_2SO_4 teknis ke dalam H_2SO_4 pekat dengan perbandingan 5,5 gr Ag_2SO_4 untuk setiap satu kg H_2SO_4 pekat atau 10,12 gr Ag_2SO_4 tiap 1000 ml H_2SO_4 pekat. Biarkan 1 sampai 2 jam sampau larut dan aduk.

e. Asam Sulfamat

f. 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, secara teori mempunyai nilai KOK 500 mg O_2 / L. Larutan stabil dalam kondisi dingin, hati-hati dengan pertumbuhan biologi. Siapkan dan pindahkan larutan dalam kondisi steril. Ganti setiap minggu.

3.3. Peralatan

a. Spektrofotometri

b. Kuvet

c. Tujuh tabung pencerna ukuran 16 mm x 100 mm.

d. Thermo Reaktor.

e. Pipet ukur (5 ml, dan 10 ml)

f. Enam labu ukur 25 ml

g. Pipet volume (1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml ,10 ml)

h. Timbangan Analitik.

3.4. Keselamatan Kerja

Harus memakai jas lab, sepatu, masker, pelindung tangan.

3.5. Persiapan dan Pengawetan Contoh Uji

3.5.1. Persiapan contoh uji

- Homogenkan contoh uji
- Cuci tabung refluk dengan H_2SO_4 20 % sebelum digunakan.
- Pipet volume contoh uji dan tambahkan larutan pencerna dan tambahkan larutan pereaksi asam sulfat yang sesuai dengan tabung atau ampul pada tabel berikut ini.

Tabel 1. Contoh uji dan larutan pereaksi untuk macam-macam tabung pencerna.

Tabung pencerna	Contoh Uji (ml)	Larutan pencerna (ml)	Larutan pereaksi sulfat (ml)	Total Volume (ml)
Tabung kultur				
16 X 100 mm	2,50	1,50	3,50	7,50
20 X 150 mm	5,00	3,00	7,00	15,00
25 X 150 mm	10,00	6,00	14,00	30,00
Standar ampul 10 ml	2,5	1,5	3,5	7,5

- Tutup tabung dan kocok perlahan sampai homogen
- Letakkan tabung di thermo reaktor yang sudah dipanaskan pada suhu 147-150 C , lakukan refluks tertutup.

3.5.2. Pengawetan contoh uji

contoh uji diawetkan dengan menambahkan H_2SO_4 sampai pH kurang dari 2 dan disimpan pada pendingin 4 C, sampai 7 hari.

3.6. Prosedur Pengujian

Penentuan panjang gelombang optimum

- Optimalkan alat uji spektrofotometri, sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengujian KOK.
- Ukur serapan salah satu standar KHP (ambil saja yang paling besar) mulai dari panjang gelombang 650 nm sampai dengan 550 nm.
- catat masing masing absarban pada tiap-tiap pengukiran.
- Buat grafik antara panjang gelombang (X) dan Absorbansi (Y).
- Tentukan panjang gelombang optimumnya.
- Hasil panjang gelombang ini untuk menentukan kadar COD selanjutnya.

Pembuatan kurva kalibrasi

- Optimalkan alat uji spektrofotometri, sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengujian KOK.
- Siapkan setidaknya 5 larutan standar KHP, 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm, 250 ppm, 300 ppm dari larutan induk 500 ppm KHP.
- Gunakan volume pereaksi yang sama antara contoh dan standar KHP.

4. Tambahkan masing-masing larutan pencerna dan pereaksi sulfat sesuai dengan volume sampel.
5. Tutup tabung dan kocok perlahan – lahan sampai homogen
6. Letakkan tabung di thermo reaktor yang sudah dipanaskan pada suhu 147-150 C , lakukan reflus tertutup.
7. Baca absorbansinya pada panjang gelombang ± 600 nm
8. Buat kurva kalibrasinya.

Prosedur Pengujian

1. Dinginkan perlahan-lahan contoh yang sudah direflus sampai suhu ruang untuk mencegah terbentuknya endapan. Jika perlu saat pendinginan sesekali tutup contoh dibuka untuk mencegah adanya tekanan gas.
2. Biarkan suspensi mengendap dan pastikan bagian yang akan diukur benar-benar jernih.
3. Ukur contoh pada panjang gelombang ± 600 nm, gunakan blanko yang tidak direflus.
4. Catat hasil pengujian tersebut untuk menghitung konsentrasi COD dalam larutan sampel.

3.7. Data Percobaan.

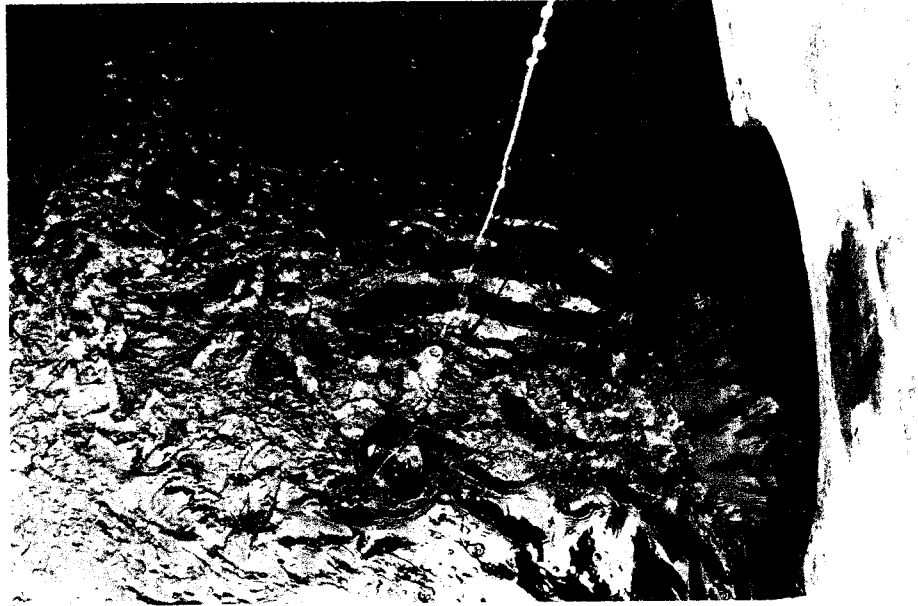
Data Penentuan Panjang Gelombang Optimum:

No.	Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi (Abs)
1	650	
2	640	
3	630	
4	620	
5	610	
6	600	
7	590	
8	580	
9	570	
10	560	
11	550	

Data kurva kalibrasi , pada panjang gelombangnm

No	Kons. (ppm)	Absorbansi
1	100	
2	200	
3	300	
4	400	
5	500	

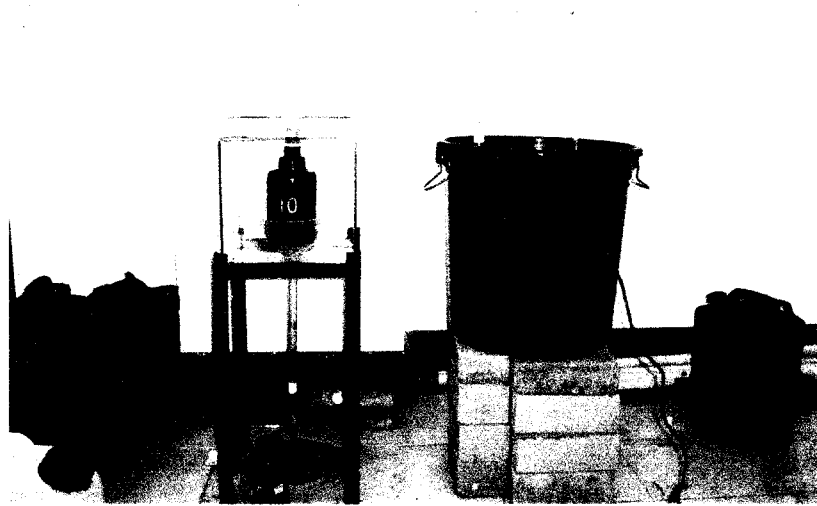
**FOTO-FOTO SAAT
PENELITIAN (PENGAMBILAN
SAMPSEL DAN PENGUJIAN DI
LABORATORIUM)**



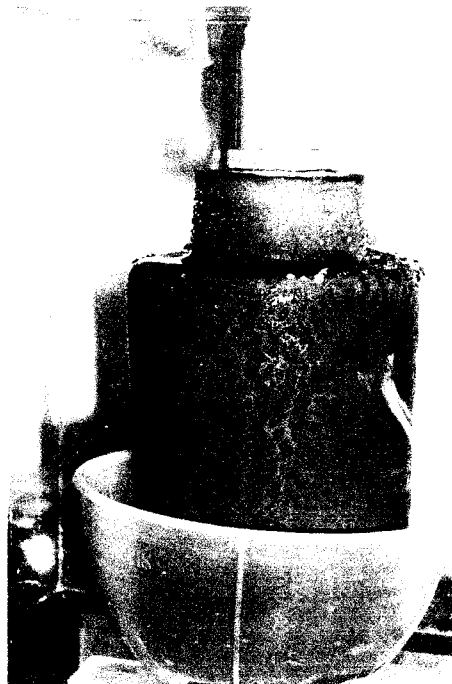
Gambar 1. Pengambilan sampel air limbah domestik di IPAL



Gambar 2. Dirigen sampel



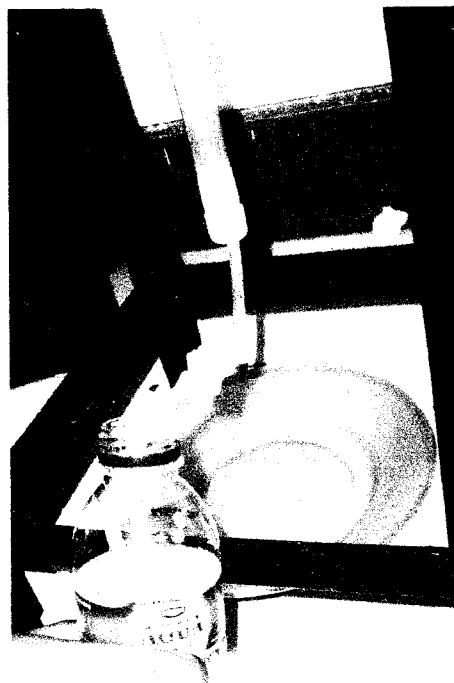
Gambar 3. Reaktor *membran* keramik



Gambar 4. Butiran-butiran seperti keringat pada *membran* keramik



Gambar 5. Pengambilan sampel inlet



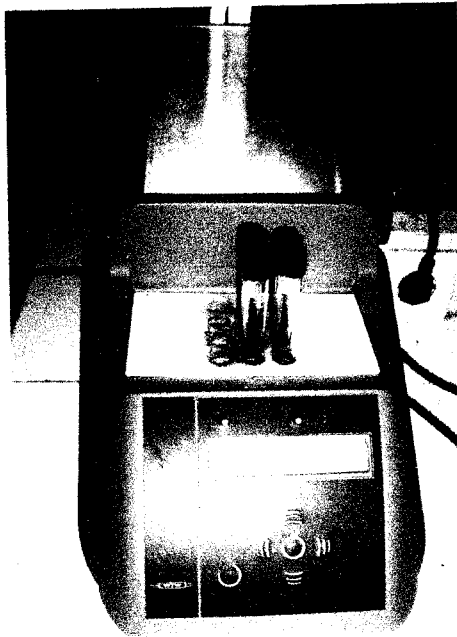
Gambar 6. Pengambilan sampel Outlet



Gambar 7. Botol-botol sampel (inlet dan outlet)



Gambar 8. Bahan-bahan kimia untuk pengujian *Chemical Oxygen Demand*



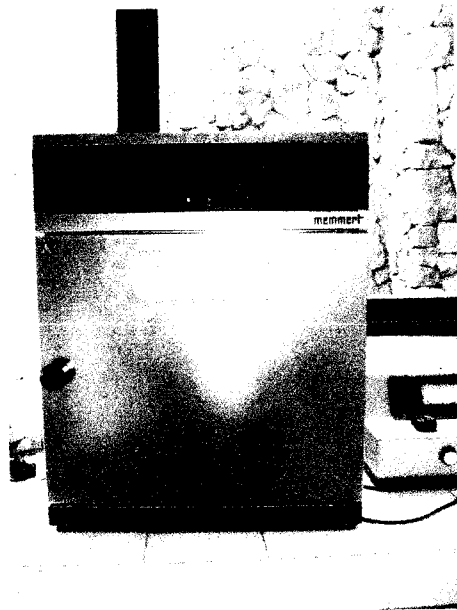
Gambar 9. Pengujian *Chemical Oxygen Demand*



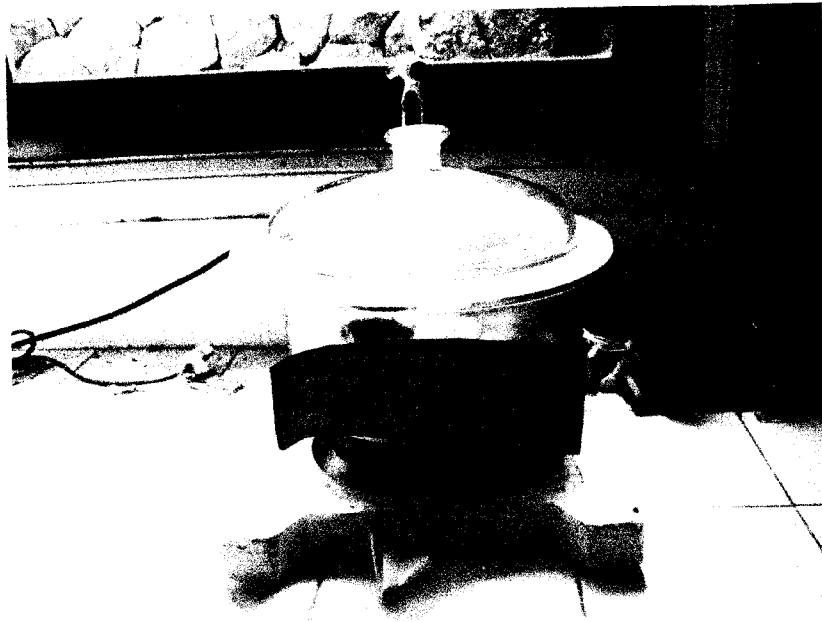
Gambar 10. Spektrofotometer



Gambar 12. Pengujian *Total Suspended Solid* (TSS)



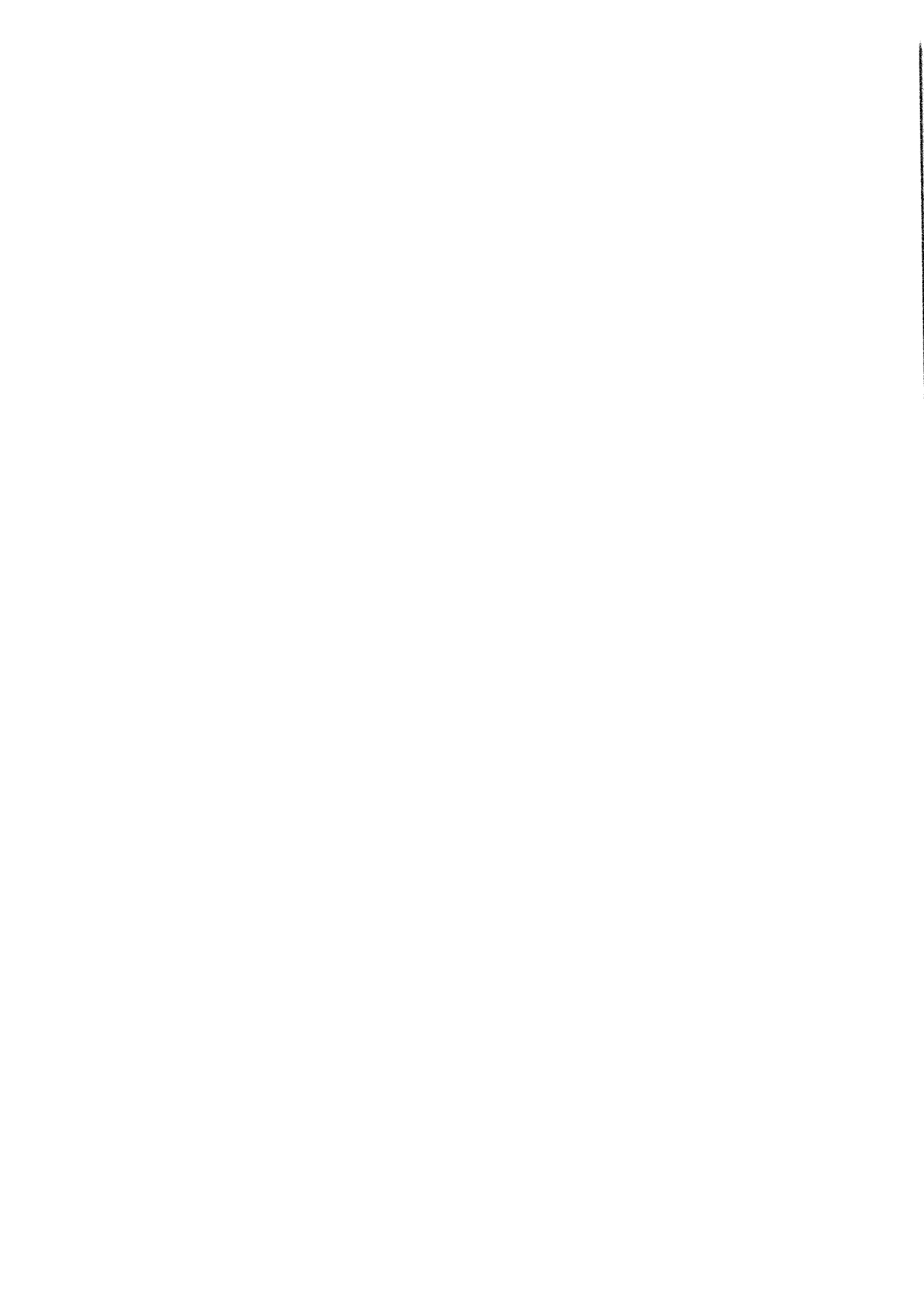
Gambar 13. Oven



Gambar 14. Desinkator



Gambar 15. Membran keramik dengan komposisi serbuk gergaji 5%, 7,5% & 10%



**SURAT KETERANGAN IJIN
DARI BAPEDA DIY**



**PEMERINTAH PROPINSI DAERAH ISTIMEWA YOGYAKARTA
BADAN PERENCANAAN DAERAH
(B A P E D A)**

Kepatihan, Danurejan, Yogyakarta - 55213
Telepon : (0274) 589583, 562811 (Psw. : 209-219, 243-247) Fax. : (0274) 586712
Website <http://www.bapeda@pemda-diy.go.id>
E-mail : bapeda@bapeda.pemda-diy.go.id

SURAT KETERANGAN / IJIN

Nomor : 070 / 3446

Membaca Surat : Dekan FTSP - UII Yogyakarta No : 127/Kajur.TL/70/TL/2006
: Tanggal : 5 Juli 2006 Perihal : Ijin Mencari Data

Mengingat : 1. Keputusan Menteri Dalam Negeri No. 61 Tahun 1983 tentang Pedoman
Penyelenggaraan Pelaksanaan Penelitian dan Pengembangan di Lingkungan
Departemen Dalam Negeri.
2. Keputusan Gubernur Daerah Istimewa Yogyakarta No. 38 / I 2 /2004 tentang
Pemberian Izin Penelitian di Propinsi Daerah Istimewa Yogyakarta.

Dijijinkan kepada :

Nama : **NAZULA NUTYLA, dkk (3 Orang)** No. MHSW 02513110
Alamat Instansi : Jl. Kaliurang KM 14,4 Yogyakarta
Judul : **MENCARI DATA**

Lokasi : **IPAL - SEWON**

Waktunya : Mulai tanggal **07 - 07 - 2006 s/d 07 - 08 - 2006**

1. Terlebih dahulu menemui / melaporkan diri Kepada Pejabat Pemerintah setempat (Bupati / Walikota)
untuk mendapat petunjuk seperlunya;
2. Wajib menjaga tata tertib dan mentaati ketentuan-ketentuan yang berlaku setempat;
3. Wajib memberi laporan hasil penelitiannya kepada Gubernur Kepala Daerah Istimewa Yogyakarta
(Cq. Kepala Badan Perencanaan Daerah Propinsi Daerah Istimewa Yogyakarta);
4. Ijin ini tidak disalahgunakan untuk tujuan tertentu yang dapat mengganggu kestabilan Pemerintah
dan hanya diperlukan untuk keperluan ilmiah;
5. Surat ijin ini dapat diajukan lagi untuk mendapat perpanjangan bila diperlukan;
6. Surat ijin
di atr