

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Lokasi penelitian bertempat di Laboratorium Teknofisikokimia Puslitbang BATAN Yogyakarta, laboratorium Lingkungan Jurusan Teknik Lingkungan Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan Universitas Islam Indonesia, serta Laboratorium PU Yogyakarta

3.2 Obyek Penelitian

Obyek penelitian ini adalah Limbah Cair Industri Tekstil PT. Primatexco Indonesia Batang Jawa Tengah, yaitu limbah cair tekstil sebelum dilakukan pengolahan

3.3 Metode Pengumpulan Data

1. Data Primer, yaitu data yang diperoleh langsung dari pemeriksaan laboratorium, adapun proses perolehan data primer adalah sebagai berikut :
 - a. Pengambilan sampel dari PT. Primatexco
 - b. Pemeriksaan awal kandungan BOD dan COD
 - c. Proses Ozonisasi menggunakan generator ozon milik P3TM Batan Yogyakarta.
 - d. Analisis data pemeriksaan.

2. Data Sekunder, yaitu pengumpulan data dari studi pustaka sebagai penunjang yang berkaitan dengan permasalahan baik yang diperoleh dari penelitian sebelumnya maupun dari instansi terkait.

3.4 Variabel Penelitian

1. Waktu Ozonisasi

0 menit, 20 menit, 40 menit, 60 menit.,80 menit, 100 menit, 120 menit,

2. Parameter Pengujian

1. BOD (*Biological Oxygen Demand*)

2. COD (*Chemical Oxygen Demand*)

Tabel 3.1. Metode Pengujian

Parameter	Satuan	Metode Uji	Pengawetan Contoh	Refrensi
BOD	mg/l	Titirasi/ Yodometri (Modifikasi Azida)	Contoh di beri $MnCl_2$ + Alkali Iodida, disimpan dalam lemari es, bertahan hingga 2 minggu	SNI 06-6989.14-2004
COD	mg/l	Titrimetri	Contoh diberi H_2SO_4 pekat, masukkan dalam lemari es suhu kerang lebih $4^\circ C$, bertahan 2 minggu	SNI 06-6989.15-2004
BO (Fenol)	mg/l	Spektrofotometri	Dimasukkan dalam lemari es, bertahan 7 hari	SNI 06-6989.21-2004

(sumber : www.bsn.go.id)

3.5 Alat dan Bahan Penelitian

1. Alat Penelitian

a. Pengambilan Contoh

- Jerigen plastik warna hitam 25 liter 10 buah

- Corong air besar 4 buah
- Selang $\frac{3}{4}$ inchi panjang 1 meter
- Gayung (ciduk) 4 buah
- Botol kaca 150 ml, sebanyak 50 buah

b. Proses Ozonisasi

- Generator Ozon (*Ozonnizer*)
- Gelas ukur 1000 ml, sebanyak 6 buah
- Stop wacth
- Selang plastik kecil 2 meter

c. Pemeriksaan COD

- Peralatan refluks, yang terdiri dari labu erlenmeyer, pendingin Liebig
- Hot plate atau yang setara;
- Labu ukur 100 mL dan 1000 mL;
- Buret 25 mL atau 50 mL;
- Pipet volum 5 mL; 10 mL; 15 mL dan 50 mL;
- Erlenmeyer 250 mL (labu refluk); dan
- Timbangan analitik.

2. Bahan Penelitian,

a. Pemeriksaan BOD

- Larutan Buffer Pospat
- Larutan Magnesium Sulfat ($MgSO_4$)
- Larutan Kalsium Klorida ($CaCl_2$)

- Larutan ferri Klorida (FeCl_3)

b. Analisa COD

- Larutan baku kalium dikromat 0,25 N.

Larutkan 12,259 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (yang telah dikeringkan pada 1500C selama 2 jam) dengan air suling dan tepatkan sampai 1000 mL.

- larutan asam sulfat – perak sulfat.

Tambahkan 5,5 g Ag_2SO_4 kedalam 1 kg asam sulfat pekat atau 10,12 g Ag_2SO_4 dalam 1000 mL asam sulfat pekat, aduk dan biarkan 1 hari sampai 2 hari untuk melarutkan.

- Larutan indikator ferroin.

Larutkan 1,485 g 1,10 phenanthrolin monohidrat dan 0,695 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dalam air suling dan encerkan sampai 100 mL.

- Larutan ferro ammonium sulfat (FAS) 0,1 N.

Larutkan 39,2 g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam air suling, tambahkan 20 mL H_2SO_4 pekat, dinginkan dan tepatkan sampai 1000 mL. Bakukan larutan ini dengan larutan baku kalium dikromat 0,25 N.

- Larutan baku potasium hidrogen phthalat (KHP).

Larutkan 425 mg KHP (yang telah dihaluskan dan dikeringkan pada 1100°C), dalam air suling dan tepatkan sampai 1000 mL. Larutan ini mempunyai kadar COD 500 mg/L O_2 . Bila disimpan dalam refrigerator dapat digunakan sampai 1 minggu selama tidak ada pertumbuhan mikroba.

- Asam sulfamat.

Hanya digunakan jika ada gangguan nitrit, 10 mg asam sulfamat untuk 1 mg nitrit

- Serbuk merkuri sulfat, HgSO_4 .
- Batu didih

c. Penentuan ozon dengan metode Spektrofotometri

- KI : Potasium Iodide p.a No. Cat. 5043 Merck.
- Na_2HPO_4 : di-SodiumHydrogen Phosphate No. Cat. 6586 Merck.
- KH_2PO_4 : Potasium di-Hydrogen Phosphate No. Cat. 4873 Merck.
- I_2 : Iodine No. Cat. 4761 Merck.

3.6 Cara kerja

A. Pemeriksaan BOD (Secara Titrasi)

Penentuan BOD dilakukan dengan menggunakan metode titrasi Winkler, dimana nilai BOD dapat dihitung dengan rumus:

$$BOD = DO_{(0)} - DO_{(5)}$$

a. Pemeriksaan Oksigen Terlarut (DO)

1. Standarisasi larutan thiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

- Ke dalam erlemeyer masukan 20 ml larutan $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ tambahkan 10 ml asam sulfat dan aquadest sampai volume 200 ml
- Titrasi dengan larutan thiosulfat, bila titik akhir titrasi hampir tercapai (warna kuning muda) ditambahkan larutan kanji dan

teruskan titrasi sampai tepat warna biru yang baru muncul hilang kembali

$$\text{Vol IO}_3 \times N \text{ IO}_3$$

$$\text{Normalitas Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Vol IO}_3 \times N \text{ IO}_3}{\text{Vol Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$$

$$\text{Vol Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

2. Pemeriksaan oksigen terlarut

- Isi botol BOD dengan contoh air, diusahakan jangan sampai ada gelembung udara kemudian ditutup.
- Masukkan 1 ml MnSO_4 dan 1 ml larutan alkaliiodida (reaksi oksigen) Pemasukan reagen menggunakan pipet 1 ml yang ujung pipet mencapai larutan dasar botol.
- Tutup kembali, kemudian aduk dengan cara membolak-balikan botol sampai homogen.
- Diamkan selama 10 menit sampai kelihatan ada endapan coklat pada dasar botol.
- Tuangkan sebagian isi botol ke dalam labu erlenmeyer, tambahkan 1 ml asam Sulfat pekat. Aduk dan titrasi secepatnya dengan larutan Thiosulfat 1/80 N, tambahkan larutan kanji dan titrasi kembali sampai warna biru hilang.
- Catat volume titran. Untuk larutan yang masih tersisa di dalam botol BOD, tambahkan 1 ml asam sulfat pekat. Kemudian tutup (sampai

berwarna kuning coklat). Titrasi dengan larutan Thiosulfat 1/80 N dengan menggunakan amilum seperti diatas .

- Untuk pemeriksaan DO_5 , contoh sebagaimana perlakuan point b diatas disimpan dalam inkubator selama 5 hari dengan suhu $20^\circ C$
- Kemudian lakukan titrasi sesuai dengan perlakuan pemeriksaan $DO_{(0)}$ segera.
- Apabila kadar $DO_{(0)}$ rendah maka dilakukan pengenceran sesuai dengan tingkat pengenceran, seperti pada tabel berikut :

Tabel 3.2. Tabel Tingkat Pengenceran

Kadar DO segera	Tingkat Pengenceran
> 8,0	Tanpa pengenceran
6,0 – 8,0	2 – 5 x
5,0 – 6,0	5 – 10 x
3,0 – 5,0	10 – 15 x
1,0 – 3,0	15 – 20 x
0,1 – 1,0	20 – 25 x
0,0 – 0,1	25. 30. 100 x

(sumber : www.bsn.go.id)

3. Pembuatan air pengencer

Aquadest dalam botol/jerigen, dalam setiap aquadest ditambahkan 1 ml buffer fosfat, 1 ml larutan $CaCl_2$, 1 ml larutan $MgSO$, 1 ml larutan $FeCl_3$, kemudian dicampur dan diaerasi selama 30 menit.

B. Pemeriksaan COD secara titrimetri

a. Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan kadar kebutuhan oksigen kimiawi (KOK)/(COD) dalam air limbah secara refluk terbuka dengan kisaran kadar KOK antara 50 mg/L O₂ sampai dengan 900 mg/L O₂.

Metode ini tidak berlaku bagi contoh uji air yang mengandung ion klorida lebih besar dari 2000 mg/L

b. Cara uji

Zat organik dioksidasi dengan campuran mendidih asam sulfat dan kalium dikromat yang diketahui normalitasnya dalam suatu refluk selama 2 jam. Kelebihan kalium dikromat yang tidak tereduksi, dititrasi dengan larutan ferro ammonium sulfat (FAS).

c. Persiapan dan pengawetan contoh uji

- a) Aduk contoh uji hingga homogen dan segera lakukan analisis.
- b) Contoh uji diawetkan dengan menambahkan H₂SO₄ sampai pH lebih kecil dari 2,0 dan contoh uji disimpan pada pendingin 4°C dengan waktu simpan 7 hari.

d. Prosedur

- a) Pipet 10 mL contoh uji, masukkan kedalam erlenmeyer 250 mL.
- b) Tambahkan 0,2 g serbuk HgSO₄ dan beberapa batu didih.

- c) Tambahkan 5 mL larutan kalium dikromat, $K_2Cr_2O_7$ 0,25 N.
- d) Tambahkan 15 mL pereaksi asam sulfat – perak sulfat perlahan-lahan sambil didinginkan dalam air pendingin.
- e) Hubungkan dengan pendingin *Liebig* dan dididihkan diatas *hot plate* selama 2 jam.
- f) Dinginkan dan cuci bagian dalam dari pendingin dengan air suling hingga volume contoh uji menjadi lebih kurang 70 mL.
- g) Dinginkan sampai temperatur kamar, tambahkan indikator ferroin 2 sampai dengan 3 tetes, titrasi dengan larutan FAS 0,1 N sampai warna merah kecoklatan, catat kebutuhan larutan FAS.
- h) Lakukan langkah 3.5 a) sampai dengan 3.5 g) terhadap air suling sebagai blanko. Catat kebutuhan larutan FAS. Analisis blanko ini sekaligus melakukan pembakuan larutan FAS dan dilakukan setiap penentuan COD (KOK)

C. Penentuan Ozon Menggunakan Metode Spektofotometri

a. Pembuatan Larutan Standar I_2 (Iodine)

1. 16,0 gr KI + 3,173 gr I_2 dilarutkan dalam aquades.
2. Volumanya dijadikan 500 mL.
3. Maka diperoleh larutan I_2 induk = 0,025 M.
4. Larutan ini disimpan dalam botol coklat.

b. Membuat larutan penyangga (*buffer*)

1. 13,61 gr KH_2PO_4 + 14,2 gr Na_2HPO_4 + 10 gr KI.

2. Volumenanya dijadikan 1000 mL.
3. Larutan ini disimpan dalam botol coklat dan selalu dalam kondisi baru (maksimal 1 minggu).

c. Mencari panjang gelombang maksimum (λ_{maks})

1. Larutan induk I_2 diambil 5 mL, kemudian dijadikan 100 mL dengan larutan buffer.
2. Dari larutan tersebut diambil 1 mL dan dijadikan 50 mL dengan larutan buffer.
3. Kemudian larutan ini diamati memakai Spektrofotometer pada λ : 300 - 400 nm. (menurut pustaka $\lambda_{\text{maks}} = 352$ nm).

d. Membuat kurva standar I_2

1. Larutan induk I_2 diambil 5 mL, kemudian dijadikan 100 mL dengan larutan buffer, maka diperoleh larutan. $I_2 = 0,00125$ M atau 1250 μmol .
2. Dari larutan. ini dipipet berturut-turut : 0,2 ; 0,4; 0,6 ; 0,8 dan 1,0 mL, maka akan diperoleh deret standar I_2 sebagai berikut :

Tabel 3.2 Pembuatan kurva standar I_2

No	Volume I_2 (ml)	Konsentrasi I_2 (μmol)	Absorbansi pada λ_{maks}
1	0,2	5	
2	0,4	10	
3	0,6	15	
4	0,8	20	
5	1,0	25	

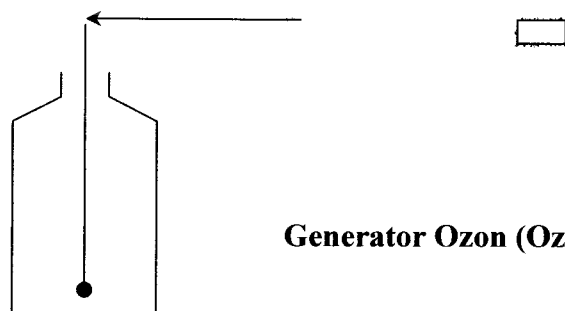
(Sumber :Juklak Penentuan Ozon Metode Spektrofotometri Laboratorium Teknofisikokimia BATAN Yogyakarta)

e. Analisa Ozon (O_3)

1. 50 mL larutan buffer diozonisasi selama 2 menit. Setelah terjadi perubahan warna (dari putih menjadi kuning) segera diamati pada λ_{max} .
2. Kemudian dihitung konsentrasi I_2 memakai kurva standar I_2 .
3. Kemudian dihitung berat ozon berdasar persamaan.

D. Proses Ozonisasi

1. Siapkan contoh yang akan di ozon dengan volume 1000 ml
2. Masukkan contoh dalam tabung ozonisasi
3. Hidupkan ozonizer, masukan selang kedalam tabung, lama waktu ozonisasi sesuai dengan waktu yang ditentukan (lihat gambar 3.1)
4. Analisa data sesuai dengan parameter yang diteliti



Tabung Ozonisasi

Generator Ozon (Ozonizer)

Gambar 3.1. Skema Proses Ozonisasi

E. Perhitungan yang digunakan :

1. Perhitungan BOD

$$BOD = DO_{(0)} - DO_{(5)}$$

$$\text{Kadar } O_2 \text{ (ppm)} = \frac{V_{Thio} \times N_{Thio} \times 8000}{V_{botol} - 2}$$

2. Perhitungan COD (KOK)

a. Normalitas larutan FAS

$$\text{Normalitas FAS} = \frac{(N_1 \times V_1)}{V_2}$$

Keterangan :

V1 adalah volume larutan $K_2Cr_2O_7$ yang digunakan, ml;

V2 adalah volume larutan FAS yang dibutuhkan, ml;

N1 adalah Normalitas larutan $K_2Cr_2O_7$

b. Kadar COD (KOK)

$$\text{KOK (mg/L } O_2) = \frac{(A - B) \times N \times 8000}{ml \text{ contoh } \times 100}$$

Keterangan :

A adalah volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk blanko, (ml)

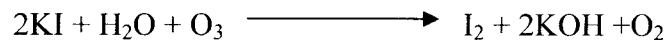
B adalah volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk contoh, (ml)



N adalah normalitas larutan FAS

3. Menghitung berat ozon (O₃)

Dengan persamaan reaksi :



$$\text{mol O}_3 \approx \text{mol I}_2$$

$$= \text{Konsentrasi I}_2 \times \text{Volume Larutan Standar} \times 48 \text{ gr/mol}$$

$$= \dots\dots\dots \text{gram O}_3$$

4. Rumus efisiensi Proses

Rumus yang digunakan untuk menghitung efisiensi proses pengolahan adalah :

$$\text{Ef} = \frac{C_0 - C_1}{C_0} \times 100 \%$$

Ef = Efisiensi proses penurunan parameter (%)

C₀ = Konsentrasi parameter saat masuk ke proses

C₁ = Konsentrasi parameter saat keluar dari proses.