

**VERIFIKASI METODE TITRIMETRI UNTUK ANALISIS  
CHEMICAL OXYGEN DEMAND (COD) PADA  
AIR LIMBAH INDUSTRI TEKSTIL**

**KARYA TULIS ILMIAH  
Untuk memenuhi sebagian persyaratan sebagai  
Ahli Madya Analis Kimia**



**Oleh :**

**MUHAMAD ADITIYAWAN RUSRYANDI PUTRA**

**28151146F**

**PROGRAM STUDI D-III ANALIS KIMIA**

**FAKULTAS TEKNIK**

**UNIVERSITAS SETIA BUDI**

**SURAKARTA**

**2018**

## **LEMBAR PERSETUJUAN**

Karya Tulis Ilmiah :

**VERIFIKASI METODE TITRIMETRI UNTUK ANALISIS  
CHEMICAL OXYGEN DEMAND (COD) PADA  
AIR LIMBAH INDUSTRI TEKSTIL**

Oleh :

**MUHAMAD ADITIYAWAN RUSRYANDI PUTRA**

**28151146F**

Telah Disetujui Pembimbing

Pada Tanggal 31 Juli 2018

Pembimbing



Drs. Suseno, M.Si

NIS : 01199408011044

## LEMBAR PENGESAHAN

Karya Tulis Ilmiah :

**VERIFIKASI METODE TITRIMETRI UNTUK ANALISIS  
CHEMICAL OXYGEN DEMAND (COD) PADA  
AIR LIMBAH INDUSTRI TEKSTIL**

Oleh :

MUHAMAD ADITYAWAN RUSRYANDI PUTRA

28151146F

Telah Disetujui oleh Tim Penguji

Pada tanggal 31 Juli 2018

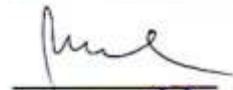
Nama

Penguji I : Drs. Suseno, M.Si

Penguji II : Dr. Sunardi, S.Si., M.Si.

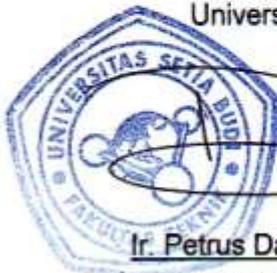
Penguji III : Wisnu Arfian Anditya Sudjarwo, S.Si., M.Sc.

Tanda Tangan



Mengetahui,

Dekan Fakultas Teknik  
Universitas Setia Budi



Ir. Petrus Darmawan, S.T., M.T.

NIS:01199905141068

Ketua Program Studi  
D-III Analis Kimia



Ir. Argoto Mahayana S.T., M.T.

NIS:01199906201069

## HALAMAN PERSEMBAHAN

*Karya Tulis Ilmiah (KTI) ini saya persembahkan kepada :*

- 1. Kedua orang tua tercinta saya, yang telah memberikan dukungan, motivasi serta semangat dan tidak pernah lelah mendo'akan dan menyayangi saya sampai saat ini.*
- 2. Kedua adik saya Nindya dan Ridho yang telah memberikan semangat dan semoga kita dapat menjadi anak yang dapat membanggakan kedua orang tua.*
- 3. Bapak Drs. Suseno, M.Si., terima kasih atas waktu, ilmu dan kesabarannya dalam membimbing hingga saya dapat menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah ini.*
- 4. Semua dosen Fakultas Teknik Universitas Setia Budi Surakarta yang telah memberikan ilmu kepada saya.*
- 5. Teman - teman D-III Analis Kimia Angkatan 2015 (Chintya, Yuanita, Nani, Cadilla, Feni, Sari, dan Novita) yang selalu memberikan dukungan dan semangatnya selama Tiga tahun ini.*
- 6. Ermawati yang telah memberikan semangat, dukungan, dan motivasi kepada saya dalam menyusun Karya Tulis Ilmiah ini.*
- 7. Sahabatku Danny yang telah membantu dan memberikan semangat kepada saya dalam penyusunan Karya Tulis Ilmiah ini.*
- 8. Almamater tercinta, ProgdI D-III Analis Kimia, Universitas Setia Budi, Yayasan Pendidikan Setia Budi.*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT atas segala berkat rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah dengan judul “**Verifikasi Metode Titrimetri untuk Analisis *Chemical Oxygen Demand* (COD) pada Air Limbah Industri Tekstil**”.

Pembuatan Karya Tulis Ilmiah ini untuk memenuhi tugas serta memenuhi syarat guna memperoleh gelar Ahli Madya Analis Kimia, di Fakultas Teknik, Universitas Setia Budi Surakarta. Penyusunan Karya Tulis Ilmiah ini juga tidak terlepas dari bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, oleh sebab itu penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Allah SWT yang telah memberikan saya kesehatan sehingga dapat menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah ini dengan baik.
2. Dr. Ir. Djoni Tarigan, MBA. selaku Rektor Universitas Setia Budi.
3. Ir. Petrus Darmawan, S.T., M.T., selaku Dekan Fakultas Teknik Universitas Setia Budi Surakarta.
4. Ir. Argoto Mahayana, S.T., M.T., selaku Ketua Program Studi D-III Analis Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Setia Budi Surakarta.
5. Drs. Suseno, M.Si., selaku dosen pembimbing, yang telah memberikan bimbingan serta arahan sehingga Karya Tulis Ilmiah ini dapat terselesaikan dengan baik.
6. Kedua orang tua dan keluarga yang telah memberikan dukungan baik secara material maupun non material serta mendukung dan memotivasi dalam menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah ini.
7. Teman-teman D-III Analis Kimia tahun angkatan 2015 yang selalu mendukung dan memberikan bantuan selama ini.

8. Teman-teman Fakultas Teknik Universitas Setia Budi tahun angkatan 2015.
9. Yayasan Pendidikan Setia Budi yang telah memberikan Beasiswa Program Bantuan Biaya Pendidikan sehingga saya dapat kuliah di Universitas Setia Budi Surakarta.
10. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu-persatu, yang telah memberikan dukungan dan bantuan.

Dalam penulisan Karya Tulis Ilmiah ini tentunya penulis tidak lepas dari kesalahan dan jauh dari kata sempurna, oleh karena itu kritik dan saran sangat diharapkan sebagai perbaikan di kemudian hari. Semoga Karya Tulis Ilmiah ini dapat berguna bagi penulis dan para pembaca.

Surakarta, Juli 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
LEMBAR PERSETUJUAN .....	ii
LEMBAR PENGESAHAN .....	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	iv
KATA PENGANTAR .....	v
DAFTAR ISI .....	vii
DAFTAR TABEL .....	viii
DAFTAR GAMBAR .....	ix
DAFTAR LAMPIRAN .....	x
INTISARI .....	xi
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	2
1.4 Manfaat Penelitian .....	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	4
2.1 Verifikasi Metode Analisis .....	4
2.1.1 Linieritas .....	4
2.1.2 Akurasi .....	4
2.1.3 Presisi .....	7
2.2 Metode Analisis COD secara Titrimetri .....	7
2.3 Air Limbah Tekstil dan Batik .....	9
2.4 <i>Chemical Oxygen Demand</i> (COD) .....	9
BAB III METODE PENELITIAN .....	11
3.1 Tempat dan Waktu Pelaksanaan .....	11
3.2 Bahan Penelitian .....	11
3.3 Alat Penelitian .....	11
3.4 Prosedur Penelitian .....	11
3.4.1 Penentuan Titik Sampling (SNI 6989.59:2008) .....	11
3.4.2 Prosedur Pengambilan sampel (SNI 6989.59:2008) .....	13
3.4.3 Pembuatan Larutan .....	13
3.4.4 Analisis <i>Chemical Oxygen Demand</i> (COD) (SNI 6989.73:2009) .....	15
3.4.5 Validasi Metode Analisis .....	15
3.5 Pengolahan Data .....	17
3.5.1 Analisis COD (SNI 6989.73:2009) Metode Titrimetri .....	17
3.5.2 Analisis Linieritas, Akurasi dan Presisi .....	17
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	18
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....	22
DAFTAR PUSTAKA .....	P-1
LAMPIRAN .....	L-1

## DAFTAR TABEL

	Halaman
<b>Tabel 2.1</b> Nilai Persen <i>Recovery</i> Berdasarkan Konsentrasi Sampel .....	7
<b>Tabel 2.2</b> Tingkat Presisi Berdasarkan Konsentrasi Analit.....	7
<b>Tabel 4.1</b> Linieritas Metode Titrimetri.....	19
<b>Tabel 4.2</b> Hasil Uji Linieritas .....	20
<b>Tabel 4.3</b> Hasil Uji Akurasi .....	20
<b>Tabel 4.4</b> Hasil Uji <i>Repeatability</i> .....	21

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
<b>Gambar 3.1</b> Skema IPAL Kampung Batik Laweyan .....	12
<b>Gambar 4.1</b> Kurva Linieritas Metode Titrimetri .....	19

## DAFTAR LAMPIRAN

	<b>Halaman</b>
<b>Lampiran 1.</b> Perhitungan Data Linieritas, Akurasi, dan Presisi .....	L-1
<b>Lampiran 2.</b> Gambar Proses Penelitian .....	L-8

## INTISARI

Muhamad Adityawan Rusryandi Putra. 2018. *Verifikasi Metode Titrimetri untuk Analisis Chemical Oxygen Demand (COD) pada Air Limbah Industri Tekstil*. Karya Tulis Ilmiah. Program Studi D-III Analisis Kimia. Fakultas Teknik. Universitas Setia Budi Surakarta. Pembimbing : Drs. Suseno, M.Si.

Verifikasi metode dilakukan terhadap metode standar atau metode yang telah dilakukan validasi, sedangkan validasi metode dilakukan terhadap metode non-standar dan metode yang dikembangkan oleh laboratorium. Verifikasi melibatkan lebih sedikit parameter percobaan dibandingkan validasi.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui linieritas, akurasi, dan presisi dari metode titrimetri (SNI 6989.73:2009) untuk analisis COD pada air limbah tekstil. Metode titrasi yang digunakan dalam penentuan COD merupakan titrasi oksidasi-reduksi menggunakan larutan Ferro Ammonium Sulfat (FAS).

Setelah dilakukan penelitian didapatkan nilai linieritas dari metode titrimetri (SNI 6989.73:2009) untuk analisis *Chemical Oxygen Demand* (COD) pada sampel air limbah batik sebesar 0,9984. Hasil ini memenuhi syarat keberterimaan yakni lebih besar dari 0,995. Nilai akurasi metode titrimetri (SNI 6989.73:2009) untuk analisis COD pada sampel air limbah batik diperoleh sebesar 109,56%. Hasil ini memenuhi syarat keberterimaan yakni antara 85 – 115%. Nilai presisi metode titrimetri (SNI 6989.73:2009) untuk analisis COD pada sampel air limbah batik diperoleh sebesar 1,26%. Hasil ini memenuhi syarat keberterimaan yakni lebih kecil dari 2%.

**Kata kunci** : Akurasi, COD, Linieritas, Presisi, Titrimetri.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang Masalah

Verifikasi metode dilakukan terhadap metode standar atau metode yang telah dilakukan validasi. Setiap laboratorium direkomendasikan bahwa metode yang digunakan harus divalidasi jika metodenya non-standar atau diverifikasi jika metode tersebut merupakan metode standar. Verifikasi melibatkan lebih sedikit parameter percobaan dibandingkan validasi.

Verifikasi metode merupakan salah satu upaya pengendalian mutu. Linieritas, akurasi dan presisi adalah bagian dari parameter verifikasi metode. Linieritas metode ditunjukkan oleh nilai koefisien korelasi regresi linier, misalnya untuk *Chemical Oxygen Demand* (COD)  $> 0,995$ . Presisi dihitung sebagai koefisien variasi atau *Relative Standard Deviation* (RSD) dengan nilai yang dapat diterima  $< 2\%$  (Riyanto, 2014), sedangkan akurasi dihitung sebagai persen *recovery*, dengan rentang kesalahan yang dapat diterima, untuk COD sebesar 85 – 115% (SNI 6989.73:2009).

COD merupakan banyaknya oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi secara kimia bahan organik didalam sampel air. COD dapat dianalisis dengan menggunakan metode titrimetri berdasarkan SNI 6989.73:2009. Metode titrimetri merupakan metode analisis klasik, didasarkan pada interaksi antara materi dan materi (Harjadi, 1986).

Senyawa organik yang ada dalam suatu perairan salah satunya dapat diukur dengan parameter *Chemical Oxygen Demand* (COD) (Kapti, 2012). Berdasarkan Peraturan Daerah Provinsi Jawa Tengah Nomor 5 tahun 2012 mengenai baku mutu air limbah, disebutkan bahwa untuk baku mutu air limbah domestik terdapat

parameter COD yang harus dianalisis untuk setiap limbah tekstil dan batik yang dihasilkan.

Setiap metode analisis dipengaruhi oleh matrik dari suatu sampel, oleh sebab itu verifikasi suatu metode untuk analisis sampel tertentu mungkin berbeda untuk sampel yang lain dimana mempunyai matrik yang berbeda, demikian juga untuk metode titrimetri pada penentuan COD. Oleh karena itu penulis memilih judul “**Verifikasi Metode Titrimetri untuk Analisis *Chemical Oxygen Demand* (COD) pada Air Limbah Industri Tekstil**”.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah penelitian ini adalah :

Bagaimanakah hasil verifikasi metode titrimetri (SNI 6989.73:2009) untuk analisis COD pada air limbah industri tekstil ditinjau dari parameter linieritas, akurasi, dan presisi?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

Untuk mengetahui hasil verifikasi dari metode titrimetri (SNI 6989.73:2009) untuk analisis COD pada air limbah tekstil ditinjau dari parameter linieritas, akurasi, dan presisi.

## 1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah :

### 1. Bagi ilmu pengetahuan

Hasil penelitian ini diharapkan dapat berguna bagi pengembangan kajian maupun penelitian lebih lanjut bagi pihak yang berkepentingan.

### 2. Bagi peneliti

Menambah pengetahuan keilmuan di bidang verifikasi metode uji, khususnya verifikasi metode uji untuk metode titrimetri.

2. Bagi Institusi Pendidikan

Berguna sebagai bahan informasi tentang materi pembelajaran validasi metode uji. Khususnya tentang verifikasi metode titrimetri untuk analisis COD pada air limbah batik.

3. Bagi Masyarakat

Memberikan informasi tentang mutu air limbah yang berasal dari industri tekstil, khususnya parameter COD.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Verifikasi Metode Analisis**

Verifikasi metode uji adalah konfirmasi ulang dengan cara menguji suatu metode dengan melengkapi bukti-bukti yang obyektif, apakah metode tersebut memenuhi persyaratan yang ditetapkan dan sesuai dengan tujuan. Verifikasi pada dasarnya merupakan validasi, namun istilah verifikasi digunakan untuk validasi metode yang sudah baku atau standar. Beberapa manfaat validasi metode analisis adalah untuk mengevaluasi kerja suatu metode analisis, menjamin prosedur analisis, menjamin keakuratan dan keterulangan hasil prosedur analisis, dan mengurangi risiko penyimpangan yang mungkin timbul (Riyanto, 2014).

##### **2.1.1. Linieritas**

Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel (Harmita, 2004). Linieritas suatu metode dianalisis ditentukan melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit. Uji linieritas dilakukan dengan suatu seri larutan standar yang terdiri dari minimal empat konsentrasi yang berbeda dengan rentang 50 – 150% dari kadar analit dalam sampel (Riyanto, 2014).

##### **2.1.2. Akurasi**

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Akurasi merupakan ketepatan antara nilai terukur dengan nilai yang diterima baik nilai konfensi

maupun nilai sebenarnya. Akurasi dapat ditentukan dengan 2 cara yaitu dengan metode penambahan bahan baku (adisi) atau dengan metode simulasi (*spiking*) (Harmita, 2004).

Metode adisi (penambahan bahan baku), sampel dianalisis lalu sejumlah analit tertentu diperiksa (*pure analit/standar*) ditambahkan ke dalam sampel, dicampur dan dianalisis lagi. Pada metode penambahan bahan baku pengukuran blanko tidak diperlukan lagi. Metode ini tidak dapat digunakan apabila penambahan analit dapat mengganggu pengukuran. Selisih kedua hasil tadi dibandingkan dengan kadar sebenarnya. *Recovery* dinyatakan sebagai rasio antara hasil yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya. Biasanya persyaratan *recovery* tidak boleh lebih dari 5% (Riyanto, 2014). Pada metode simulasi, sejumlah analit murni ditambahkan ke dalam semua campuran reagen kecuali analit, lalu campuran dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar sebenarnya (Harmita, 2004).

Uji akurasi dengan menggunakan metode adisi dilakukan dengan cara sampel dianalisis lalu sejumlah tertentu standar yang diperiksa ditambahkan ke dalam sampel, dicampur dan dianalisis lagi. Selisih keduanya dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya. Standar yang ditambahkan ke sampel harus memiliki sifat-sifat, sebagai berikut :

- 1) larutan standar yang ditambahkan ke sampel (*spike*) memiliki kemurnian tinggi;
- 2) memiliki matrik hampir sama dengan sampel; dan
- 3) memiliki kelarutan hampir sama dengan sampel.

Volume standar yang ditambahkan kedalam sampel tidak boleh melebihi 2%. Bila memungkinkan direkomendasikan berkisar antara 0,01% sampai 0,1% dari

volume sampel yang disyaratkan dalam metode pengujian yang digunakan. Bila penambahan standar menimbulkan kekeruhan (*turbidity*) maka penambahan standar ke sampel harus diulang dengan menurunkan konsentrasi atau memperbanyak volume dengan tetap menghindari terjadinya pengenceran sampel yang berlebih.

Penambahan konsentrasi larutan standar (*spike*) dihitung terlebih dahulu berdasarkan rerata konsentrasi sampel yang diperoleh. Jika penambahan volume *spike* adalah 1% maka memasukkan volume *spike* 1 mL kedalam 99 mL volume sampel. Untuk memperoleh konsentrasi *spike* maka dapat dilakukan perkiraan dengan perhitungan sebagai berikut :

$$C \text{ target} = \frac{(CV)_{\text{sampel}} + (CV)_{\text{spike}}}{V_{\text{sampel}} + V_{\text{spike}}} \quad (1)$$

Dimana, C target nilainya 2 kali konsentrasi sampel (Hadi, 2016)

Setelah konsentrasi *spike* telah diperkirakan, maka volume sampel 99 mL dengan penambahan analit 1 mL dengan konsentrasi hasil perhitungan sebelumnya. Sampel yang telah ditambah analit tersebut kemudian dianalisis COD nya sesuai dengan tahapan prosedur analisis COD.

Uji akurasi dilihat dari bahan kontrol dan dihitung sebagai persen recovery (%R), sehingga diperoleh metode yang akurat.

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{A-B}{C} \times 100\% \quad (2)$$

A = konsentrasi sampel yang di-*spike*

B = konsentrasi sampel yang tidak di-*spike*

C = konsentrasi standar yang diperoleh

Untuk syarat rentang *recovery* yang diterima tergantung dari jumlah analit yang akan diukur.

**Tabel 2.1** Nilai persen *recovery* berdasarkan nilai pada konsentrasi sampel

Analit pada matriks sampel (%)	Rata-rata yang diperoleh (%)
100	98-102
10	98-102
>1	97-103
>0,1	95-105
0,01	90-107
0,001	90-107
0,0001 (1 ppm)	80-110
0,00001 (100 ppb)	80-110
0,000001 (10 ppb)	60-115
0,0000001 (1 ppb)	40-120

Sumber : (Harmita, 2004)

### 2.1.3. Presisi

Presisi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Harmita, 2004). *Repeatability* adalah keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi sama dan dalam interval waktu yang pendek. Menurut *American Pre-veterinary Medical Assosiation* (APVMA) (2004) tingkat presisi yang sebaiknya dipenuhi berdasarkan konsentrasi analit yang dianalisis dapat dilihat dalam Tabel 2.

**Tabel 2.2** Tingkat presisi berdasarkan konsentrasi analit

Jumlah komponen terukur dalam sampel (x)	Tingkat presisi (y)
$x > 10,00 \%$	$y < 2 \%$
$1,00 \% < x < 10,00 \%$	$y < 2 \%$
$0,10 \% < x < 1,00 \%$	$y < 10 \%$
$0,10 \% < x < 1,00 \%$	$y < 20 \%$

Sumber: (APVMA, 2004)

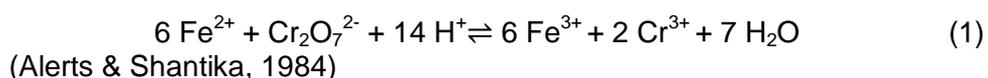
## 2.2 Metode Analisis COD secara Titrimetri

Metode titrasi yang digunakan dalam penentuan COD merupakan titrasi oksidasi-reduksi yaitu dikromatometri. Dikromatometri adalah titrasi redoks yang

menggunakan senyawa dikromat sebagai oksidator. Senyawa dikromat merupakan oksidator kuat, tetapi lebih lemah dari permanganat. Kalium dikromat merupakan standar primer. Titrasi akan berjalan baik bila kesetimbangan reaksi tercapai dengan cepat pada setiap penambahan titran dan adanya indikator penunjuk titik ekuivalen.

Metode titrasi dikromatometri digunakan untuk pengujian kebutuhan oksigen kimiawi (COD) dalam air dan air limbah dengan reduksi  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  secara titrimetri pada kisaran nilai COD 40 mg/L sampai dengan 400 mg/L. Prinsip dari metode ini adalah senyawa organik dan anorganik, terutama organik, dalam contoh uji dioksidasi oleh  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  dalam refluks tertutup selama 2 jam dan menghasilkan  $\text{Cr}^{3+}$ . Kelebihan kalium dikromat yang tidak tereduksi, dititrasi dengan larutan Ferro Ammonium Sulfat (FAS) menggunakan indikator ferroin. Jumlah oksidan yang dibutuhkan dinyatakan dalam ekuivalen oksigen (mg/L  $\text{O}_2$ ) (Alerts & Shantika, 1984).

Indikator ferroin digunakan untuk menentukan titik akhir titrasi yaitu di saat warna hijau-biru larutan berubah menjadi coklat-merah. Sisa  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  dalam larutan blanko merupakan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  awal, karena diharapkan blanko tidak mengandung zat organik yang dapat dioksidasi oleh  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , Sisa  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  tersebut ditentukan melalui titrasi dengan Ferro Amonium Sulfat (FAS), dimana reaksi yang berlangsung adalah sebagai berikut:



Titrasi tersebut menggunakan metode titrasi redoks. Kalium dikromat bertindak sebagai oksidator yang mengoksidasi  $\text{Fe}^{2+}$  menjadi  $\text{Fe}^{3+}$ , sedangkan  $\text{Fe}^{2+}$  bertindak sebagai reduktor yang mereduksi  $\text{Cr}^{6+}$  menjadi  $\text{Cr}^{3+}$ .

### 2.3 Air Limbah Tekstil dan Batik

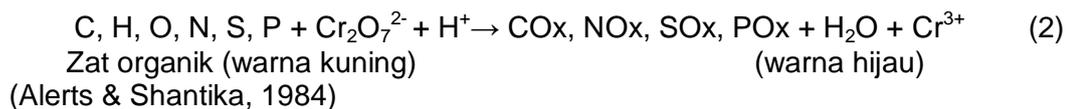
Adanya limbah organik dari proses pembuatan batik tersebut dapat lebih meningkat dengan terdapatnya zat pewarna sintetis pada proses pewarnaan, dimana mengandung zat warna azo yang mempunyai gugus kromofor  $-N=N-$  dalam struktur molekulnya. Senyawaan azo pada zat pewarna sintetis diketahui *nonbiodegradable* dalam kondisi aerobik dan akan tereduksi menjadi produk antara yang lebih berbahaya pada kondisi *anaerobic* (Kapti, 2012).

Salah satu contoh zat warna yang banyak dipakai industri tekstil adalah *remazol black, red* dan *golden yellow*. Senyawa pewarna ini hanya digunakan sekitar 5% sedangkan sisanya yaitu 95% akan dibuang sebagai limbah. Senyawa ini cukup stabil sehingga sangat sulit untuk terdegradasi di alam dan berbahaya bagi lingkungan apalagi dalam konsentrasi yang sangat besar karena dapat menaikkan COD (Suprihatin, 2014).

### 2.4 Chemical Oxygen Demand (COD)

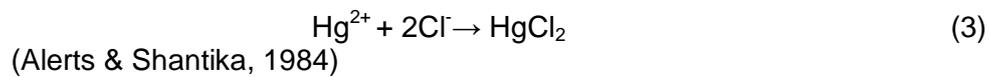
*Chemical Oxygen Demand* (COD) atau Kebutuhan Oksigen Kimia (KOK) adalah jumlah oksigen ( $\text{mg O}_2$ ) yang dibutuhkan untuk mengoksidasi zat-zat organik yang terdapat dalam 1 liter sampel air, dengan pengoksidasi  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  yang digunakan sebagai sumber oksigen (*oxidizing agent*) (Dwinovantyo, 2011).

Oksidasi terhadap bahan buangan organik akan mengikuti reaksi berikut ini :



Reaksi tersebut perlu pemanasan dan juga penambahan katalisator perak sulfat ( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ) untuk mempercepat reaksi. Dengan menggunakan COD reaktor, maka zat organik yang bersifat *volatile* tidak akan lenyap ke luar. Apabila dalam bahan buangan organik diperkirakan ada ion klorida yang dapat mengganggu

reaksi maka perlu ditambahkan merkuri sulfat untuk menghilangkan gangguan tersebut, seperti dalam reaksi:



Semua zat organik harus habis teroksidasi, maka zat pengoksidasi  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  masih harus tersisa sesudah direfluks.  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  yang tersisa di dalam larutan tersebut digunakan untuk menentukan berapa oksigen yang telah terpakai. Sisa  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  tersebut ditentukan melalui titrasi dengan ferro ammonium sulfat (FAS) (Alerts & Shantika, 1984). Dengan COD, maka akan diketahui tingkat pencemaran yang terdapat pada limbah cair. Untuk itu perlu suatu penelitian untuk membantu lingkungan menurunkan COD (Akhsanti, 2010).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Lokasi pengambilan sampel dilaksanakan di Instalasi Pengolahan Air Limbah (IPAL) Kampung Batik Laweyan, Surakarta, dengan titik sampling pada pipa settler sebelum air limbah masuk ke pengolahan. Analisis dilakukan di Laboratorium Analisis dan Pengolahan Limbah Universitas Setia Budi Surakarta pada bulan Maret sampai dengan Juli 2018.

#### **3.2 Bahan Penelitian**

Bahan yang digunakan meliputi: Sampel air limbah batik yang diambil dari IPAL Kampung Batik Laweyan, akuades,  $H_2SO_4$  pekat (Merck), serbuk  $Ag_2SO_4$  (Merck),  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  (Merck),  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  (Merck), Kalium Hidrogen Ftalat ( $HOOC C_6H_4 COOK$ , KHP) (Merck),  $K_2Cr_2O_7$  (Merck), dan  $HgSO_4$  (Merck).

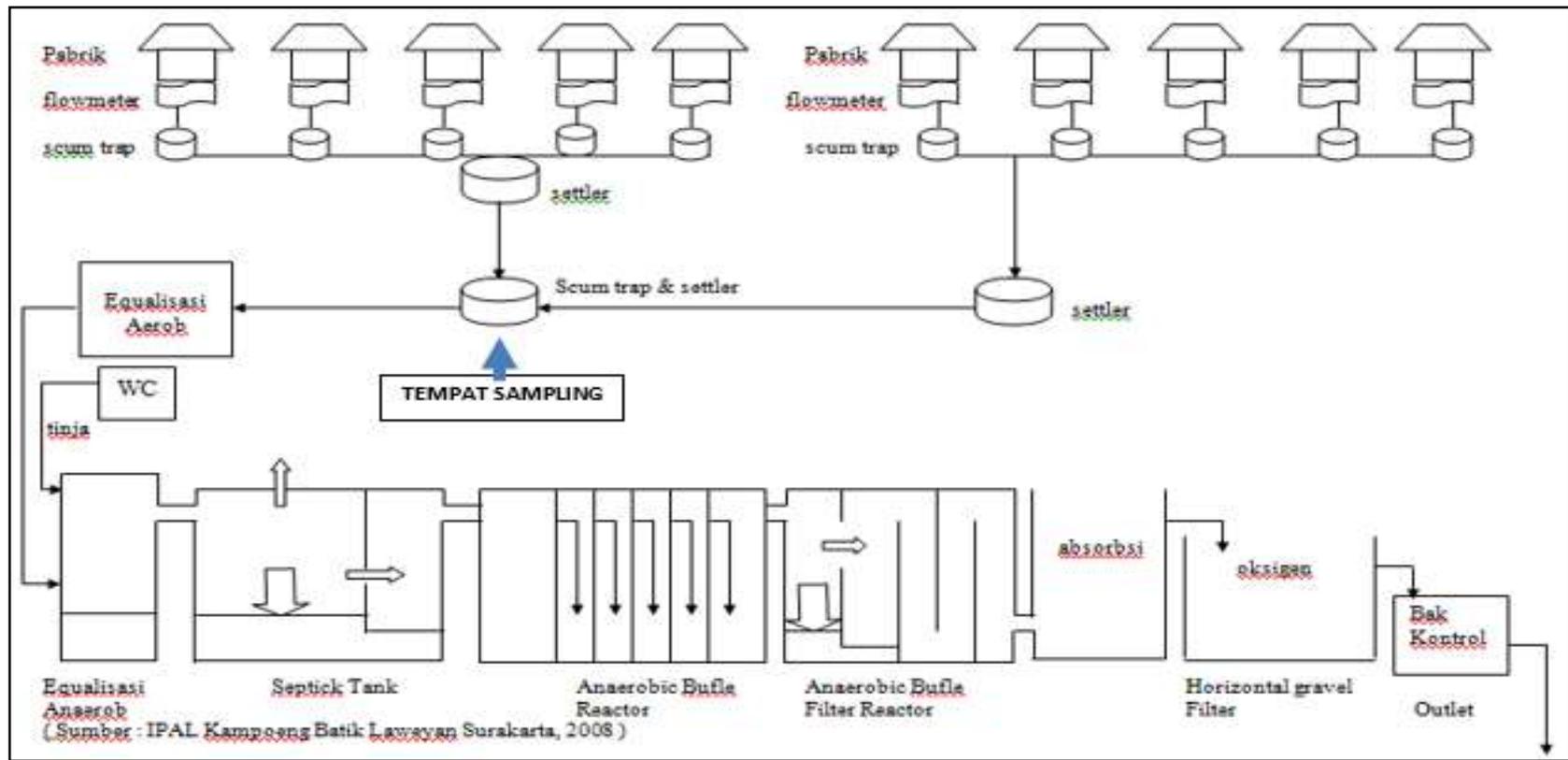
#### **3.3 Alat Penelitian**

Alat yang digunakan untuk analisis kimia meliputi: *digestion vessel* (ampul borosilikat), pemanas dengan lubang-lubang penyangga tabung atau COD reaktor (Lovibond RD 125), mikro buret 10 mL, makro buret 50 mL, Alat-alat gelas (Labu ukur, pipet volum, pipet ukur, erlenmeyer, gelas piala), timbangan analitis dengan ketelitian 0,1 mg (Ohaus® Pioneer PA214).

#### **3.4 Prosedur Penelitian**

##### **3.4.1. Penentuan Titik Sampling (SNI 6989.59:2008)**

Titik sampling adalah pada *inlet* IPAL Kampung Batik Laweyan Surakarta, dimana air limbah tersebut belum diolah oleh IPAL tersebut. Lokasi titik pengambilan sampel dapat dilihat pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Skema IPAL Kampung Batik Laweyan

### 3.4.2. Prosedur Pengambilan Sampel (SNI 6989.59:2008)

Sampel air limbah IPAL untuk analisis COD diambil dengan cara sebagai berikut:

- a. Wadah untuk pengujian COD beserta tutup dibilas dengan air bersih. Botol kemudian dicuci dengan asam klorida (HCl) 1:1 dan dibilas lagi dengan akuades sebanyak 3 kali dan dibiarkan mengering, setelah kering botol ditutup dengan rapat.
- b. Pengambilan sampel dilakukan dengan cara meletakkan botol ke dalam aliran air limbah dengan posisi sebagian mulut botol berada dibawah aliran air, sehingga air masuk ke dalam botol dengan tenang.
- c. Botol diisi sampai penuh dan dihindarkan terjadinya gelembung udara selama pengisian, kemudian botol ditutup.
- d. Contoh uji siap untuk dianalisis.

### 3.4.3. Pembuatan Larutan

- a. Larutan pereaksi asam sulfat

Sebanyak 1,012 g serbuk atau kristal  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  dilarutkan ke dalam 100 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, diaduk menggunakan batang pengaduk hingga larut.

- b. Larutan baku kalium dikromat ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) 0,01667 M ( $\approx 0,1$  N)

Sebanyak 0,4900 g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  yang telah dikeringkan pada suhu  $150^\circ\text{C}$  selama 2 jam dilarutkan kedalam 50 mL akuades. Tambahkan 16,7 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan 3,33 g  $\text{HgSO}_4$ . Larutkan dan dinginkan pada suhu ruang dan encerkan sampai 100 mL.

- c. Larutan kalium dikromat/*digestion solution* ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) 0,25 N

Sebanyak 1,2257 g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  yang telah dikeringkan pada suhu  $150^\circ\text{C}$  selama 2 jam dilarutkan kedalam 50 mL akuades. Tambahkan 16,7 mL

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat dan 3,33 g HgSO<sub>4</sub>. Larutkan dan dinginkan pada suhu ruang dan encerkan sampai 100 mL.

d. Larutan indikator ferroin

Sebanyak 1,485 g 1,10-phenanthrolin monohidrat dan 695 mg FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O dilarutkan dalam akuades dan encerkan sampai 100 mL.

e. Larutan baku Ferro Ammonium Sulfat (FAS) 0,05 M

Sebanyak 19,6g Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O dilarutkan dalam 300 mL akuades, menambahkan 20 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat, mendinginkan dan tepatkan sampai 1000 mL.

f. Larutan baku Kalium Hidrogen Ftalat (HOOC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COOK, KHP) ≈ COD 500 mg O<sub>2</sub>/L

Menggerus perlahan KHP, lalu keringkan sampai berat konstan pada suhu 110°C. 40,1 mg KHP dilarutkan ke dalam akuades dan tepatkan sampai 100 mL. Larutan ini stabil bila disimpan dalam kondisi dingin pada temperatur 4 °C ± 2°C dan dapat digunakan sampai 1 minggu selama tidak ada pertumbuhan mikroba. Sebaiknya larutan ini dipersiapkan setiap 1 minggu.

g. Larutan *Spike* Kalium Hidrogen Ftalat (HOOC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COOK, KHP) ≈ COD 30000 mg O<sub>2</sub>/L

Menggerus perlahan KHP, lalu keringkan sampai berat konstan pada suhu 110°C. 256,3 mg KHP dilarutkan ke dalam akuades dan tepatkan sampai 10 mL pada labu ukur. Larutan ini stabil bila disimpan dalam kondisi dingin pada temperatur 4 °C ± 2 °C dan dapat digunakan sampai 1 minggu selama tidak ada pertumbuhan mikroba. Sebaiknya larutan ini dipersiapkan setiap 1 minggu.

#### 3.4.4. Analisis *Chemical Oxygen Demand* (COD) (SNI 6989.73:2009)

##### a. Standarisasi Larutan FAS

*Digestion solution* dipipet sebanyak 5,0 mL ke dalam Erlenmeyer, menambahkan akuades sejumlah contoh uji dan didinginkan pada suhu ruang. Menambahkan 1 tetes – 2 tetes indikator ferroin dan dilakukan titrasi dengan larutan titrasi FAS. Kemudian menghitung kembali molaritas larutan.

##### b. Prosedur Pengujian

1. Contoh uji diambil sebanyak 2,5 mL, ditambahkan 1,5 mL *digestion solution* dan ditambahkan 3,5 mL larutan pereaksi asam sulfat ke dalam tabung atau ampul.
2. Tabung ditutup dan dikocok perlahan sampai homogen.
3. Tabung diletakkan pada pemanas yang telah dipanaskan pada suhu 150°C, kemudian dilakukan digesti selama 2 jam.
4. Contoh uji yang sudah direfluks didinginkan perlahan-lahan sampai suhu ruang. Saat pendinginan sesekali tutup contoh uji dibuka untuk mencegah adanya tekanan gas.
5. Contoh uji dipindahkan secara kuantitatif dari *tube* atau ampul ke dalam erlenmeyer untuk dititrasi.
6. Indikator ferroin ditambahkan sebanyak 2 tetes dikocok dan dititrasi dengan larutan baku FAS 0,05 M sampai terjadi perubahan warna yang jelas dari hijau – biru menjadi coklat–kemerahan, mencatat volume larutan FAS yang digunakan.
7. Langkah 1 sampai dengan 6 dilakukan terhadap akuades sebagai blanko. Mencatat volume larutan FAS yang digunakan.

#### 3.4.5. Verifikasi Metode Analisis

##### a. Prosedur Uji Linieritas

1. Deret standar larutan Kalium Hidrogen Pthalat (KHP) dibuat pada konsentrasi sekitar nilai COD sampel, dari hasil prosedur 3.4.4.b didapat nilai COD sampel diangka 300 mg O<sub>2</sub>/L, maka dibuat deret standar dengan nilai COD 100, 150, 200, 250, 300, 350, dan 400 mg O<sub>2</sub>/L
2. Analisis COD dengan metode titrimetri dilakukan sesuai dengan prosedur 3.4.4.b untuk masing-masing standar
3. Volume titran yang diperlukan dicatat, lalu membuat grafik hubungan antara konsentrasi standar dengan volume titran yang diperlukan.
4. Melihat koefisien korelasi (R) dari kurva yang didapat dan dibandingkan dengan syarat keberterimaan.

b. Prosedur Uji Akurasi

Uji akurasi dilakukan dengan menggunakan metode adisi, dengan langkah sebagai berikut:

1. Sampel air limbah yang telah dianalisis dan nilai COD yang didapatkan digunakan untuk menghitung C target dengan rumus (1).
2. Setelah konsentrasi *spike* telah diperkirakan, maka volume sampel 99 mL dengan penambahan analit (*spike*) 1 mL dengan konsentrasi hasil perhitungan sebelumnya. Sampel yang telah ditambah analit tersebut kemudian dianalisis COD sesuai dengan tahapan prosedur 3.4.3.b.
3. Menghitung akurasi yang dihitung sebagai persen *recovery* (%R), dengan rumus (2).

c. Prosedur Uji Presisi

Uji presisi yang dilakukan merupakan uji keterulangan (*repeatability*).

1. Uji presisi dilakukan dengan menganalisis tiap sampel pada prosedur 3.4.3.b dan diulang minimal sebanyak 7 kali pada 7 sampel yang sama.

2. Simpangan baku (Standar Deviasi) dihitung, kemudian ditentukan nilai *Relative Standard Deviation*.
3. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) 2% atau kurang.

### 3.5 Pengolahan Data

#### 3.5.1. Analisis COD (SNI 6989.73:2009) Metode Titrimetri

$$\text{Nilai COD sebagai mg/L O}_2 = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

- A adalah volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL)
- B adalah volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk contoh uji, dinyatakan dalam mililiter (mL)
- M adalah molaritas larutan FAS
- 8000 adalah berat miliequivalen oksigen x 1000 mL/L

#### 3.5.2. Analisis Linieritas, Akurasi dan Presisi

##### a. Linieritas

Linieritas dihitung sebagai koefisien korelasi (R) dengan menggunakan software Microsoft Excel.

##### b. Akurasi

Akurasi dihitung sebagai % perolehan kembali (*recovery*), dengan rumus (2)

##### c. Presisi

Presisi dari metode uji ditentukan dengan rumus :

$$\%RSD = \left( \frac{SD}{\bar{x}} \right) \times 100\%$$

SD : Standar Deviasi

$\bar{x}$  : Nilai Rata-rata

RSD : *Relative Standard Deviation*

(Riyanto, 2014)

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Verifikasi metode analisis titrimetri merupakan salah satu upaya pengendalian mutu analisis secara titrimetri. Verifikasi metode uji titrimetri untuk analisis *Chemical Oxygen Demand* (COD) pada air limbah batik dilakukan sebagai langkah konfirmasi ulang terhadap metode titrimetri ini dengan melengkapi bukti-bukti yang obyektif, apakah metode ini memenuhi persyaratan yang ditetapkan dan sesuai dengan tujuannya.

Prinsip dari metode titrimetri analisis COD adalah senyawa Organik dan anorganik, terutama organik, dalam sampel air limbah batik dioksidasi oleh kalium dikromat dalam pemanasan (*refluks*) tertutup selama 2 jam menghasilkan  $\text{Cr}^{3+}$ . Kelebihan kalium dikromat yang tidak tereduksi, dititrasi dengan larutan Ferro Ammonium Sulfat (FAS) menggunakan indikator ferroin. Jumlah oksidan yang dibutuhkan dinyatakan dalam ekuivalen oksigen ( $\text{O}_2$  mg/L). Titrasi dilakukan apabila larutan yang setelah melalui pemanasan sudah dingin atau suhunya sama dengan suhu ruang. Hal ini dilakukan karena indikator ferroin yang digunakan akan mudah terurai dan tidak stabil pada suhu tinggi atau  $> 60$  °C (Alerts & Shantika, 1984).

Verifikasi metode titrimetri dengan parameter ini menggunakan sampel berupa air limbah industri tekstil dalam hal ini air limbah batik. Air limbah batik diperoleh dari *inlet* Instalasi Pengolahan Air Limbah (IPAL) Laweyan yang mengolah air limbah batik yang berasal dari beberapa industri batik di daerah Laweyan, Surakarta.

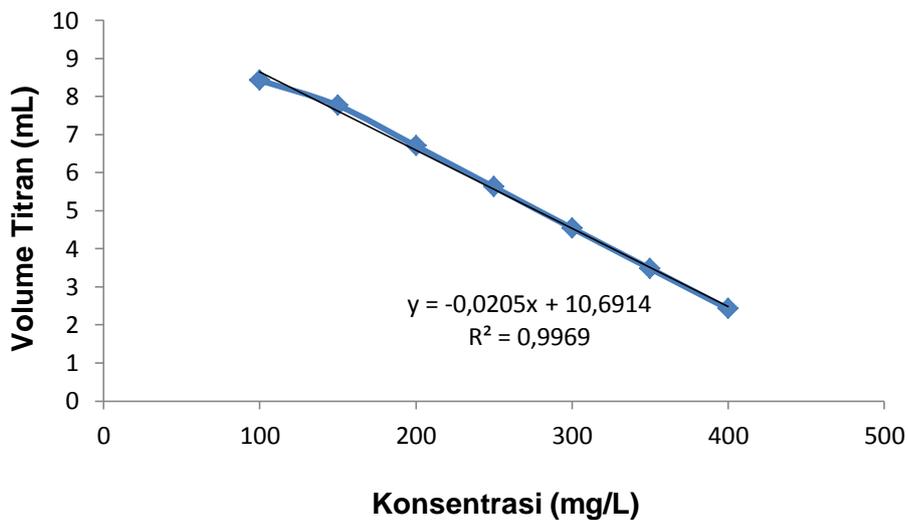
## 1. Linieritas

Sampel air limbah batik yang dianalisis memiliki nilai COD sebesar 302,4 mg/L, sehingga deret larutan standar yang dibuat berkisar antara 100 sampai 400 mg/L. Standar yang telah dibuat kemudian dianalisis nilai COD dengan metode titrimetri. Volume titran yang diperoleh kemudian digunakan untuk membuat kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi standar sebagai variabel X dengan volume titran sebagai variabel Y. Linieritas dihitung sebagai koefisien korelasi (R) dengan menggunakan software Microsoft Excel.

Uji linieritas ditampilkan pada tabel 4.1 dan pada gambar 4.1

**Tabel 4.1** Linieritas Metode Titrimetri

Metode Titrimetri	
Konsentrasi (mg/L)	Volume Titran (mL)
100	8,420
150	7,760
200	6,700
250	5,620
300	4,540
350	3,480
400	2,420
Slope	-0,0205
Intersep	10,6914
R	0,9984



**Gambar 4.1** Kurva Linieritas Metode Titrimetri

Hasil uji linieritas ditampilkan pada tabel 4.2

**Tabel 4.2** Hasil Uji Linieritas

Hasil (r)	Syarat
0,9984	R > 0,995

Berdasarkan perhitungan linieritas yang diperoleh, nilai koefisien korelasi metode titrimetri ini sebesar 0,9984. Hasil ini jika dibandingkan dengan syarat keberterimaannya maka metode titrimetri ini masuk syarat keberterimaan karena lebih besar dari 0,995 (Harmita, 2004).

## 2. Akurasi

Metode penentuan akurasi pada verifikasi metode titrimetri untuk analisis COD pada air limbah batik ini dilakukan dengan metode adisi (penambahan baku) yang merupakan larutan induk Kalium Hidrogen Ptalat (KHP) dengan nilai COD yang telah diketahui. Metode adisi dilakukan dengan menambahkan sejumlah analit (KHP) dengan konsentrasi tertentu pada sampel yang diperiksa, kemudian dianalisis dengan metode tersebut (metode yang diverifikasi). Persen perolehan kembali (% *recovery*) ditentukan dengan menentukan berapa persen analit (KHP) yang ditambahkan sebelumnya dapat ditemukan. Hasil uji *recovery* disajikan pada tabel 5.

**Tabel 4.3** Hasil Uji Akurasi

Hasil (%)	Syarat (%)
109,56	85 – 115

Nilai akurasi pada metode titrimetri untuk analisis COD pada air limbah batik menunjukkan hasil yang cukup baik. Hal ini dapat terlihat dari nilai % *recovery* yang didapatkan dari metode titrimetri masuk dalam persyaratan keberterimaan menurut SNI 6989.73:2009 yaitu berada di angka 85% sampai dengan 115%.

### 3. Presisi

Keseksamaan atau Presisi pada verifikasi metode titrimetri untuk analisis COD pada sampel air limbah batik ini dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*). *Repeatability* adalah keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi sama dan dalam interval waktu yang pendek.

Hasil uji *repeatability* metode titrimetri ditampilkan pada tabel 6.

**Tabel 4.4** Hasil Uji *Repeatability*

<i>Repeatability</i>	
Hasil (%)	Syarat (%)
1,26	< 2%

Nilai presisi pada metode titrimetri untuk analisis COD pada air limbah batik menunjukkan hasil yang cukup baik. Hal ini dapat terlihat dari nilai % RSD yang didapatkan dari metode titrimetri masuk dalam persyaratan keberterimaan, yaitu berada di angka < 2% (Riyanto, 2014).

Hasil dari verifikasi ini menunjukkan bahwa metode titrimetri (SNI 6989.73:2009) untuk analisis COD pada air limbah industri tekstil dalam hal ini limbah batik memiliki hasil yang cukup baik, dimana nilai linieritas, akurasi, dan presisi dari metode ini masing-masing memenuhi persyaratan keberterimaan. Dapat dikatakan bahwa metode titrimetri penentuan COD (SNI 6989.73:2009) untuk sampel air limbah batik masih memenuhi syarat validasi berdasarkan parameter linieritas, akurasi, dan presisi.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1. Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

- a. Metode titrimetri (SNI 6989.73:2009) untuk analisis *Chemical Oxygen Demand* (COD) pada sampel air limbah batik memiliki linieritas sebesar 0,9984. Akurasi sebesar 109,56%. Presisi sebesar 1,26%.
- b. Hasil verifikasi metode titrimetri (SNI 6989.73:2009) untuk analisis *Chemical Oxygen Demand* (COD) pada sampel air limbah batik cukup baik ditinjau dari parameter linieritas, akurasi, dan presisi.

#### **5.2. Saran**

Saran dari penelitian yang telah dilakukan yaitu analisis COD dilakukan dengan metode instrumen seperti spektrofotometri, sehingga ada nilai perbandingan antara metode titrimetri dengan metode instrumen.

## DAFTAR PUSTAKA

- Akhsanti, R. Y. 2010. Pemanfaatan Karbon Aktif Serbuk Gergaji Kayu Jati untuk Menurunkan Chemical Oxygen Demand (COD) Limbah Cair Industri Tekstil. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 66-70.
- Alaerts, G. dan Santika, S.S. 1984. *Metoda Penelitian Air*. Surabaya: Usaha Nasional.
- APVMA. 2004. *Guidelines for the Validation of Analytical Methods for Active Constituent, Agricultural and Venterinary Chemical Product*. Australia: Kingston APVMA.
- Dwinovantyo, A. 2011. Verifikasi Metode COD secara ASTM D-1252, Photometri SQ 118 dan EPA 410.3, Salinitas berdasarkan Standard Method 16th Edition dan Horiba U-10, dan DO secara yodometri dengan metode SNI 06-6989.14-2004. *Jurnal Technical Report*.
- Hadi, A. 2016. *Penentuan akurasi melalui uji perolehan kembali (Recovery test, %R)*. Diambil dari: [http://www.infolabling.com/2014/03/penentuan-akurasi-melalui-uji-perolehan.html#.Wq25e\\_lubIW](http://www.infolabling.com/2014/03/penentuan-akurasi-melalui-uji-perolehan.html#.Wq25e_lubIW). (18 Maret 2018)
- Harjadi, W. 1986. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Jakarta: Penerbit PT Gramedia.
- Harmita. 2004. Review Artikel. Petunjuk Pelaksanaan Validasi. Metode dan Cara Perhitungannya. *Jurnal Majalah Ilmu Kefarmasian*, Departemen Farmasi FMIPA UI, 1(3)
- Kapti, R. 2012. *Pengolahan Limbah Cair Batik menggunakan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Dopan-N dengan Bantuan Sinar Matahari*. 581-587.
- Riyanto. 2014. *Validasi & Verifikasi Metode Uji sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: Deepublish.
- Standar Nasional Indonesia 6989.59:2008 tentang Air dan Air Limbah - Bagian 759: Metoda pengambilan contoh air limbah*. 2008: BSN.
- Standar Nasional Indonesia 6989.73:2009 tentang Air dan Air Limbah - Bagian 73. 2009: Cara Uji Kebutuhan Oksigen Kimiawi (Chemical Oxygen Demand/COD) dengan Refluks Tertutup secara Titrimetri*. BSN.

Suprihatin, H.2014. Kandungan Organik Limbah Cair Industri Batik Jetis Sidoarjo. *Pusat Penelitian Lingkungan Hidup Universitas Riau.*

Waluyo, L. 2005. *Bioremediasi Limbah Domestik Ramah Lingkungan di Kota Malang: Suatu Upaya Mengatasi Pencemaran Kawasan Padat Huni.*

Widodo, D.S., Gunawan, W.A., & Kristanto. 2008. Elektroremediasi Perairan Tercemar: 2. Penggunaan Grafit pada Elektrokolorisasi Larutan Remazol Black B. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi.* XI, No. 3 : 88-93

## Lampiran 1. Perhitungan Data Linieritas, Akurasi, dan Presisi

- Koreksi Kadar  $K_2Cr_2O_7$  0,1 N (Standar Primer)

$$\text{Bobot Perhitungan} = 490,3 \text{ mg}$$

Bobot Penimbangan

$$\text{Kertas timbang} + K_2Cr_2O_7 = 777,2 \text{ mg}$$

$$\text{Kertas timbang} + \text{sisa} = 287,2 \text{ mg}$$

$$K_2Cr_2O_7 = 490,0 \text{ mg}$$

$$\text{Koreksi kadar} = \frac{\text{Bobot hasil penimbangan (mg)}}{\text{Bobot hasil perhitungan (mg)}} \times \text{Normalitas yang dibuat (N)}$$

$$= \frac{0,4900 \text{ mg}}{0,4903 \text{ mg}} \times 0,1 \text{ N}$$

$$= 0,0999 \text{ N}$$

- Standarisasi Larutan FAS 0,05 N (Standar Sekunder)

$$\text{Volume titran} = \text{I. } 0,000 - 9,520 \text{ mL} = 9,520 \text{ mL}$$

$$\text{II. } 0,000 - 9,500 \text{ mL} = 9,500 \text{ mL}$$

$$\text{III. } 0,000 - 9,500 \text{ mL} = 9,500 \text{ mL}$$

$$\text{Volume rata-rata} = 9,5067 \text{ mL}$$

$$M \text{ FAS} = \frac{\text{Volume Kalium dikromat (mL)}}{\text{Volume FAS (mL)}} \times N \text{ Kalium dikromat}$$

$$M \text{ FAS} = \frac{5 \text{ mL}}{9,5067 \text{ mL}} \times 0,0999 \text{ N}$$

$$M \text{ FAS} = 0,0525 \text{ M}$$

### 1. Linieritas

Perhitungan pembuatan deret larutan standar dari pengenceran larutan baku Kalium Hidrogen Ftalat ( $HOOC_6H_4COOK$ , KHP)  $\approx$  COD 500 mg

$O_2/L$ :

- a. Konsentrasi COD 100 mg O<sub>2</sub>/L

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

$$500 \text{ mg O}_2/\text{L} \times V_1 = 100 \text{ mg O}_2/\text{L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

Jadi, 2 mL larutan baku COD 500 mg O<sub>2</sub>/L diencerkan dengan akuades pada labu takar 10 mL hingga tanda batas.

- b. Konsentrasi COD 150 mg O<sub>2</sub>/L

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

$$500 \text{ mg O}_2/\text{L} \times V_1 = 150 \text{ mg O}_2/\text{L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 3 \text{ mL}$$

Jadi, 3 mL larutan baku COD 500 mg O<sub>2</sub>/L diencerkan dengan akuades pada labu takar 10 mL hingga tanda batas.

- c. Konsentrasi COD 200 mg O<sub>2</sub>/L

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

$$500 \text{ mg O}_2/\text{L} \times V_1 = 200 \text{ mg O}_2/\text{L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 4 \text{ mL}$$

Jadi, 4 mL larutan baku COD 500 mg O<sub>2</sub>/L diencerkan dengan akuades pada labu takar 10 mL hingga tanda batas.

- d. Konsentrasi COD 250 mg O<sub>2</sub>/L

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

$$500 \text{ mg O}_2/\text{L} \times V_1 = 250 \text{ mg O}_2/\text{L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

Jadi, 5 mL larutan baku COD 500 mg O<sub>2</sub>/L diencerkan dengan akuades pada labu takar 10 mL hingga tanda batas.

- e. Konsentrasi COD 300 mg O<sub>2</sub>/L

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

$$500 \text{ mg O}_2/\text{L} \times V_1 = 300 \text{ mg O}_2/\text{L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 6 \text{ mL}$$

Jadi, 6 mL larutan baku COD 500 mg O<sub>2</sub>/L diencerkan dengan akuades pada labu takar 10 mL hingga tanda batas.

- f. Konsentrasi COD 350 mg O<sub>2</sub>/L

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

$$500 \text{ mg O}_2/\text{L} \times V_2 = 350 \text{ mg O}_2/\text{L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_2 = 7 \text{ mL}$$

Jadi, 7 mL larutan baku COD 500 mg O<sub>2</sub>/L diencerkan dengan akuades pada labu takar 10 mL hingga tanda batas.

- g. Konsentrasi COD 400 mg O<sub>2</sub>/L

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

$$500 \text{ mg O}_2/\text{L} \times V_1 = 400 \text{ mg O}_2/\text{L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 8 \text{ mL}$$

Jadi, 8 mL larutan baku COD 500 mg O<sub>2</sub>/L diencerkan dengan akuades pada labu takar 10 mL hingga tanda batas.

## 2. Akurasi

- a. Perhitungan COD Sampel

- I. Volume titran = 8,30 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(10,10 \text{ mL} - 8,30 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 302,4 \text{ mg/L}$$

II. Volume titran = 8,30 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(10,10 \text{ mL} - 8,30 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 302,4 \text{ mg/L}$$

III. Volume titran = 8,20 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(10,10 \text{ mL} - 8,20 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 319,2 \text{ mg/L}$$

$$\text{Sehingga nilai COD sampel} = \frac{302,4 \text{ mg/L} + 302,4 \text{ mg/L} + 319,2 \text{ mg/L}}{3}$$

$$= 308,0 \text{ mg/L}$$

b. Perhitungan Konsentrasi *Spike* yang dibuat

$$C \text{ Target} = \frac{(C.V)\text{sampel} + (C.V)\text{spike}}{V\text{sampel} + V\text{spike}}$$

$$600 \text{ mg/L} = \frac{(302,4 \text{ mg/L} \times 99 \text{ mL}) + (C\text{spike} \times 1 \text{ mL})}{100 \text{ mL}}$$

$$C\text{spike} = 30062,4 \text{ mg/L}$$

c. Perhitungan COD (Sampel + *Spike*)

I. Volume titran = 3,380 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(6,780 \text{ mL} - 3,380 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 571,2 \text{ mg/L}$$

II. Volume titran = 3,360 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(6,780 \text{ mL} - 3,360 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 574,56 \text{ mg/L}$$

III. Volume titran = 3,360 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(6,780 \text{ mL} - 3,360 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 574,56 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} \text{Sehingga nilai COD (sampel+spike)} &= \frac{571,2 \text{ mg/L} + 574,56 \text{ mg/L} + 574,56 \text{ mg/L}}{3} \\ &= 573,44 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- d. Perhitungan Konsentrasi *Spike* yang ditambahkan kedalam sampel

$$\text{Volume titran} = 5,320 \text{ mL}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(6,780 \text{ mL} - 5,320 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 242,28 \text{ mg/L}$$

- e. Perhitungan % *recovery*

$$\% \text{ recovery} = \frac{C(\text{Sampel} + \text{Spike}) - C(\text{Sampel})}{C(\text{Spike})} \times 100\%$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{(573,44 \text{ mg/L} - 308,0 \text{ mg/L})}{242,28 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

$$\% \text{ recovery} = 109,56\%$$

### 3. Presisi

Pada penentuan presisi, dilakukan sampling kembali.

- I. Volume titran = 2,700 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(4,820 \text{ mL} - 2,700 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 356,16 \text{ mg/L}$$

- II. Volume titran = 2,780 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(4,820 \text{ mL} - 2,780 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 342,72 \text{ mg/L}$$

- III. Volume titran = 2,760 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(4,820 \text{ mL} - 2,760 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 346,08 \text{ mg/L}$$

IV. Volume titran = 2,760 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(4,820 \text{ mL} - 2,760 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 346,08 \text{ mg/L}$$

V. Volume titran = 2,780 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(4,820 \text{ mL} - 2,780 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 342,72 \text{ mg/L}$$

VI. Volume titran = 2,740 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(4,820 \text{ mL} - 2,740 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 349,44 \text{ mg/L}$$

VII. Volume titran = 2,760 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(4,820 \text{ mL} - 2,760 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 346,08 \text{ mg/L}$$

VIII. Volume titran = 2,740 mL

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{mL contoh uji}}$$

$$\text{COD (mg/L O}_2) = \frac{(4,820 \text{ mL} - 2,740 \text{ mL}) \times 0,0525 \text{ M} \times 8000}{2,5 \text{ mL}} = 349,44 \text{ mg/L}$$

No.	Volume Titran (mL)	Nilai COD (mg/L) ( $\bar{x}$ ) (mg/L)	$(x - \bar{x})^2$ (mg/L)
1	2,700	356,16	77,7924
2	2,780	342,72	21,3444
3	2,760	346,08	1,5876
4	2,760	346,08	1,5876
5	2,780	342,72	21,3444

6	2,740	349,44	4,4100
No.	Volume Titran (mL)	Nilai COD (mg/L) (x) (mg/L)	(x - $\bar{x}$ ) <sup>2</sup> (mg/L)
7	2,760	346,08	1,5876
8	2,740	349,44	4,4100
		$\Sigma = 2.778,72$	$\Sigma = 134,0640$
		$\bar{x} = 347,34$	

Perhitungan RSD

$$SD = \sqrt{\frac{\Sigma(x - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$\%RSD = \left(\frac{SD}{\bar{x}}\right) \times 100 \%$$

$$SD = \sqrt{\frac{134,0640 \text{ mg/L}}{8-1}}$$

$$\%RSD = \left(\frac{4,3763 \text{ mg/L}}{347,34 \text{ mg/L}}\right) \times 100 \%$$

$$SD = 4,3763 \text{ mg/L}$$

$$\%RSD = 1,26 \%$$

## Lampiran 2. Gambar Proses Penelitian



Titik Pengambilan Sampel



Pengambilan Sampel



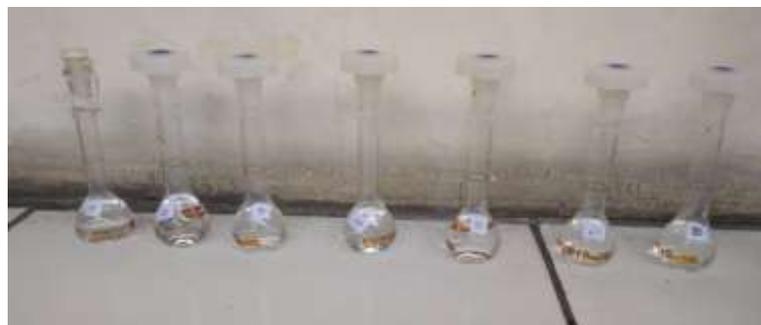
Sampel untuk Uji Presisi



Sampel untuk Uji Akurasi



Larutan Induk KHP



Deret Larutan Induk KHP untuk Uji Linieritas



Ampul Borosilikat



Larutan untuk Uji Presisi



COD Reaktor



Larutan untuk Uji Akurasi



Proses Pemanasan tertutup selama 2 jam



Larutan *Spike* dan Sampel



Warna sebelum titrasi



Warna mendekati Titik Akhir Titrasi



Warna saat Titik Akhir Titrasi



Perbandingan Warna sebelum dan sesudah Titrasi



Neraca Ohaus



Buret untuk Titration



Indikator Feroin dan Pereaksi Asam Sulfat



Proses Titration



Larutan Digestion Solution