

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Lokasi pengambilan sampel dilaksanakan di PT. Ina Prima Grafindo, Surakarta. Analisis dilakukan di Laboratorium Analisis dan Pengolahan Limbah Universitas Setia Budi Surakarta pada bulan April sampai dengan Juli 2019.

#### **3.2 Bahan Penelitian**

Bahan yang digunakan meliputi : Sampel limbah cair tinta yang diambil dari bak ekualisasi PT. Ina Prima Grafindo Surakarta, air bebas organik, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (Merck), serbuk Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Merck), FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O (Merck), Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O (Merck), Kalium Hidrogen Ftalat (HOOC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COOK, KHP) (Merck), K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Merck), dan HgSO<sub>4</sub> (Merck).

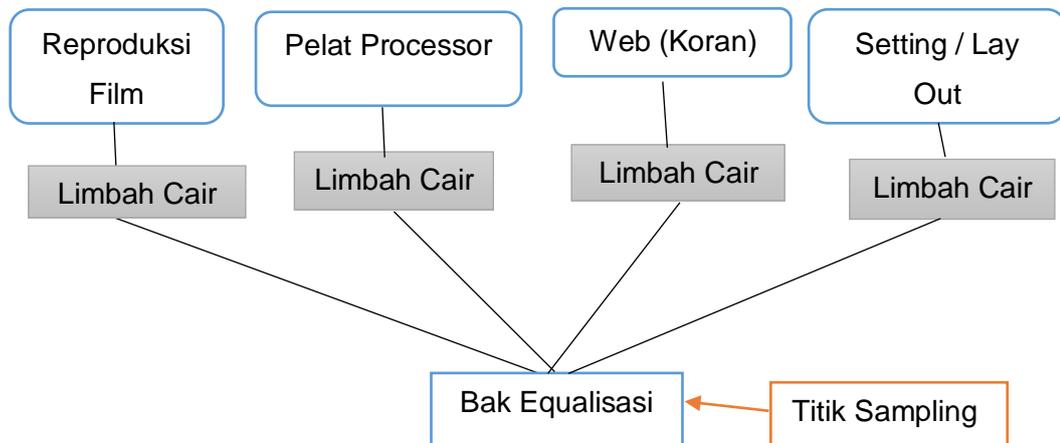
#### **3.3 Alat Penelitian**

Alat yang digunakan untuk analisis meliputi : *digestion vessel* (ampul borosilikat), pemanas dengan lubang - lubang penyangga tabung /COD reaktor (Lovibond RD 125), makroburet, alat - alat gelas (Labu ukur 50,0 mL; Pipet volum 5,0 mL; Pipet ukur 5,0 mL; Erlenmeyer 100,0 mL; Gelas piala 50,0 mL dan 100,0 mL), timbangan analitis dengan ketelitian 0,1 mg (Ohaus® Pioneer PA214).

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Penentuan titik sampling (SNI 6989.59:2008)

Sampling dilakukan pada bak ekualisasi limbah cair tinta PT. Ina Prima Grafindo Surakarta yang sudah tercampur dengan limbah cair lainnya yang keluar pada setiap prosesnya, dimana limbah cair tersebut belum diolah oleh industri percetakan, karena tidak memiliki IPAL. Limbah cair industri tersebut disalurkan pada pihak ke-3 untuk diolah limbahnya. Pada industri percetakan ini memiliki jangka waktu produksi 10 jam dalam sehari. Setiap harinya memiliki jumlah produksi yang berbeda - beda, maka pengambilan contoh dilakukan dengan cara grab sampling. Grab sampling adalah air limbah yang diambil sesaat pada satu lokasi tertentu.



**Gambar 2.** Titik Sampeling

#### 3.4.2 Prosedur pengambilan sampel (SNI 6989.59:2008)

Sampel limbah cair untuk analisis COD diambil dengan cara sebagai berikut:

- a. Wadah untuk pengujian COD beserta tutup dicuci dengan deterjen bebas fosfat kemudian dibilas dengan air bersih. Botol dicuci dengan asam klorida

HCl 1:1 dan dibilas lagi dengan air bebas analit sebanyak 3 kali dan dibiarkan mengering, setelah kering botol ditutup dengan rapat.

- b. Untuk pengambilan sampel dengan mencelupkan botol dengan hati-hati ke dalam air dengan posisi mulut botol searah dengan aliran air, sehingga air masuk ke dalam botol dengan tenang, atau dapat pula dengan menggunakan sifon.
- c. Botol diisi sampai penuh dan dihindari terjadinya turbulensi dan gelembung udara selama pengisian, kemudian botol ditutup.
- d. Sampel siap untuk dilakukan tahap persiapan sampel.

### 3.4.3 Persiapan Sampel

- a. Sampel yang ada dalam botol diencerkan sebesar 1000x
- b. Mengambil sampel dengan menggunakan pipet ukur 1 mL sebanyak 0,1 mL
- c. Masukkan ke dalam labu takar 100 mL
- d. Menambahakan akuabides hingga tanda tera
- e. Sampel siap dilakukan analisis

### 3.4.4 Persiapan Larutan Untuk Analisis COD (SNI 6989.73: 2009)

- a. Larutan pereaksi asam sulfat

Larutkan 10,12 g serbuk atau kristal  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  ke dalam 1000 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Mengaduk hingga larut.

**CATATAN** Proses pelarutan  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  dalam asam sulfat dibutuhkan waktu pengadukan selama 2 (dua) hari, sehingga digunakan *magnetic stirrer* untuk mempercepat melarutnya pereaksi.

- b. Larutan baku kalium dikromat ( $K_2Cr_2O_7$ ) 0,01667 M ( $\approx$  0,1 N) (*digestion solution*)

Melarutkan 4,903 g  $K_2Cr_2O_7$  yang telah dikeringkan pada suhu 150 °C selama 2 jam kedalam 500 mL air bebas organik. Tambahkan 167 mL  $H_2SO_4$  pekat dan 33,3 g  $HgSO_4$ . Larutkan dan dinginkan pada suhu ruang dan encerkan sampai 1000 mL.

- c. Larutan indikator ferroin

Melarutkan 1,485 g 1,10-phenanthrolin monohidrat dan 695 mg  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  dalam air bebas organik dan encerkan sampai 100 mL.

- d. Larutan baku Ferro Amonium Sulfat (FAS) 0,05 M

Melarutkan 19,6 g  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  dalam 300 mL air bebas organik, menambahkan 20 mL  $H_2SO_4$  pekat, mendinginkan dan tepatkan sampai 1000 mL.

- e. Asam sulfamat ( $NH_2SO_3H$ )

Digunakan jika ada gangguan nitrit. Menambahkan 10 mg asam sulfamat untuk setiap mg  $NO_2-N$  yang ada dalam contoh uji.

- f. Larutan baku Kalium Hidrogen Ftalat ( $HOOC_6H_4COOK$ , KHP)  $\approx$  COD 500 mg  $O_2/L$

Menggerus perlahan KHP, lalu keringkan sampai berat konstan pada suhu 110°C. Larutkan 425 mg KHP ke dalam air bebas organik dan tepatkan sampai 1000 mL. Larutan ini stabil bila disimpan dalam kondisi dingin pada temperatur  $4^\circ C \pm 2^\circ C$  dan dapat digunakan sampai 1 minggu selama tidak ada pertumbuhan mikroba. Sebaiknya larutan ini dipersiapkan setiap 1 minggu.

**CATATAN** Larutan baku Kalium Hidrogen Ftalat digunakan sebagai pengendalian mutu kerja pengukuran.

### 3.4.5 Analisis COD (SNI 6989.73:2009)

#### a. Standarisasi Larutan FAS

Memipet *digestion solution* sebanyak 5,0 mL ke dalam erlenmeyer, menambahkan air bebas organik sejumlah sampel dan digunakan pada suhu ruang. Menambahkan 2 tetes indikator ferroin dan dilakukan titrasi dengan larutan FAS. Kemudian menghitung kembali molaritas larutan.

#### b. Prosedur Pengujian

1. Mengambil sampel 2,5 mL, menambahkan 1,5 mL *digestion solution* dan menambahkan 3,5 mL larutan pereaksi asam sulfat ke dalam tabung atau ampul.
2. Menutup tabung dengan rapat dan dikocok perlahan sampai homogen.
3. Meletakkan tabung pada pemanas yang telah dipanaskan pada suhu 150 °C, kemudian dilakukan *digestion* selama 2 jam.
4. Mendinginkan perlahan - lahan sampel yang sudah direfluks sampai suhu ruang. Saat pendinginan sesekali tutup sampel dibuka untuk mencegah adanya tekanan gas.
5. Memindahkan secara kuantitatif sampel dari *tube* atau ampul ke dalam erlenmeyer untuk dititrasi.
6. Menambahkan indikator ferroin 2 tetes dan mengaduk dengan pengaduk magnetik sambil ditirasi 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. Melakukan langkah 1 sampai dengan 6 terhadap air bebas organik sebagai blanko. Mencatat volume larutan FAS yang digunakan.

### 3.4.6 Pengendalian Mutu dan Jaminan Mutu

Untuk hasil analisis yang dapat dipercaya, maka harus mematuhi beberapa hal tentang pengendalian mutu dan jaminan mutu (Standar Nasional Indonesia, 6989.73 2009)

1. Menggunakan bahan kimia pro analisa (pa).
2. Menggunakan alat gelas bebas kontaminasi.
3. Menggunakan alat ukur yang terkalibrasi.
4. Menggunakan air suling bebas organik untuk pembuatan blanko dan larutan kerja.
5. Dikerjakan oleh analisis yang kompeten.
6. Melakukan analisis blanko dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah sampel kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
7. Melakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah sampel kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis.

Pesen RPD:

$$\% \text{ RPD} = \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \times 100\%$$

8. Melakukan kontrol akurasi dengan larutan baku KHP dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* atau minimal 1 kali untuk 1 batch. Kisaran persen temu balik adalah 85% - 115%.

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\%R = \frac{A}{B} \times 100\%$$

Keterangan :

A adalah hasil pengukuran larutan baku KHP, dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L).

B adalah kadar larutan baku KHP hasil penimbangan (*target value*), dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L).

### 3.5 Analisis Data (SNI 6989.73: 2009)

#### 3.5.1 Hasil Analisis COD

Nilai COD sebagai mg/L O<sub>2</sub> :

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

Keterangan:

A adalah volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL).

B adalah volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk sampel, dinyatakan dalam mililiter (mL).

M adalah molaritas larutan FAS.

8000 adalah berat *miliequivalent* oksigen x 1000 mL/L.

### 3.5.1 % RPD (*Relative Percent Diference*)

Dari hasil analisis yang dikerjakan maka perlu dilakukan perhitungan dengan persen RPD karena semua analisa yang dilakukan secara duplo.

Pesen RPD:

$$\% \text{ RPD} = \frac{\text{hasil pengukuran-duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \times 100\%$$

Jika hasil dari RPD  $\leq 10\%$ , maka perhitungan COD dapat dirata-rata.