

# ANALISIS AIR DAN AIR LIMBAH

Ditulis oleh : Dr. Dra. Peni Pujiastuti, M.Si.



# **ANALISIS AIR DAN AIR LIMBAH**

## Sanksi Pelanggaran Pasal 113

Undang-undang Nomor 28 Tahun 2014

Perubahan atas Undang-undang Nomor 7 Tahun 1987

Perubahan atas Undang-undang Nomor 6 Tahun 1982

Perubahan atas Undang-undang Nomor 19 Tahun 2002

### Tentang Hak Cipta

- (1) Setiap Orang yang dengan tanpa hak melakukan pelanggaran hak ekonomi sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf i untuk Penggunaan Secara Komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 1 (satu) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp100.000.000 (seratus juta rupiah).
- (2) Setiap Orang yang dengan tanpa hak dan/atau tanpa izin Pencipta atau pemegang Hak Cipta melakukan pelanggaran hak ekonomi Pencipta sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf c, huruf d, huruf f, dan/atau huruf h untuk Penggunaan Secara Komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 3 (tiga) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp500.000.000,00 (lima ratus juta rupiah).
- (3) Setiap Orang yang dengan tanpa hak dan/atau tanpa izin Pencipta atau pemegang Hak Cipta melakukan pelanggaran hak ekonomi Pencipta sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf a, huruf b, huruf e, dan/atau huruf g untuk Penggunaan Secara Komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 4 (empat) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp1.000.000.000,00 (satu miliar rupiah).
- (4) Setiap Orang yang memenuhi unsur sebagaimana dimaksud pada ayat (3) yang dilakukan dalam bentuk pembajakan, dipidana dengan pidana penjara paling lama 10 (sepuluh) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp4.000.000.000,00 (empat miliar rupiah).

Peni Pujiastuti

# **ANALISIS AIR DAN AIR LIMBAH**

**UNS PRESS**

## **ANALISIS AIR DAN AIR LIMBAH**

Hak Cipta@ Peni Pujiastuti. 2018

### **Penulis**

Dr. Dra. Peni Pujiastuti, M.Si.

### **Editor**

Dr. M. Masykuri, M.Si. (UNS)

Drs. Suseno, M.Si. (USB)

Dra. Nurhidayati, M.Pd. (USB)

### **Ilustrasi Sampul**

UNS PRESS

### **Penerbit**

Penerbitan dan Pencetakan UNS (UNS Press)

Jl. Ir. Sutami 36 A Surakarta, Jawa Tengah, Indonesia 57126

Telp. (0271) 646994 Psw. 341 Fax. 0271 7890628

*Website* : [www.unspress.uns.ac.id](http://www.unspress.uns.ac.id)

*Email* : [unspress@uns.ac.id](mailto:unspress@uns.ac.id)

Cetakan 1, Edisi I, November 2018

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

*All Right Reserved*

**ISBN 978-602-397-239-5**

## **SAMBUTAN DEKAN FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS SETIA BUDI SURAKARTA**

Pertama-tama marilah kita panjatkan puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa, atas limpahkarunia-Nya, sehingga buku ajar Analisis Air dan Air Limbah yang disusun oleh Dr. Dra. Peni Pujiastuti, M.Si., dosen Fakultas Teknik Universitas Setia Budi, dapat diselesaikan dengan baik. Kedua, selaku pimpinan Fakultas Teknik USB, mengucapkan terima kasih kepada Direktur Direktorat Jenderal Pembelajaran & Kemahasiswaan, Kemeristekdikti, yang telah mendanai proses pengadaan buku ajar ini, melalui program hibah penulisan buku ajar dan pedoman pembelajaran, tahun 2018.

Selaku Dekan, saya menyambut gembira atas disusunnya buku ajar Analisis Air dan Air Limbah oleh Dr. Dra. Peni Pujiastuti, M.Si. selaku dosen pengampu yang mempunyai kompetensi sesuai dengan buku yang ditulis. Tentunya buku ini telah disesuaikan dengan capaian pembelajaran lulusan (CPL) analisis kimia. Sehingga buku ini telah disusun sesuai dengan Rencana Pembelajaran Semester (RPS) Analisis Air dan Air Limbah, yang telah dirancang oleh dosen.

Memang buku menempati prioritas diantara sarana prasarana pendidikan yang diperlukan oleh mahasiswa, karena buku mempunyai kaitan erat dengan proses pembelajaran dalam rangka mencapai hasil belajar. Jadi buku ajar ini disusun sebagai sarana belajar mahasiswa dalam rangka mencapai CPL.

Setelah membaca secara keseluruhan, saya Dekan Fakultas Teknik USB berpendapat, bahwa buku ajar Analisis Air dan Air Limbah ini layak untuk dimiliki mahasiswa D-III Analisis Kimia USB untuk digunakan dalam proses pembelajaran.

Semoga buku ajar ini bermanfaat untuk mahasiswa, dosen dan institusi

Surakarta, 2018

Dekan Fakultas Teknik USB

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

## **SAMBUTAN KETUA PROGRAM STUDI D-III ANALIS KIMIA, FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS SETIA BUDI SURAKARTA**

Pertama-tama marilah kita selalu memanjatkan puji syukur kehadirat Allah Swt. Yang telah melimpahkan karunia Nya, sehingga buku ajar Analisis Air dan Air Limbah yang rencananya akan digunakan untuk mahasiswa D-III Analis Kimia Fakultas Teknik USB, dapat diselesaikan dengan baik. Ucapan terima kasih, kami sampaikan kepada Direktur Pembelajaran, Direktorat Jenderal Pembelajaran & Kemahasiswaan Kemenristekdikti, yang telah mendanai proses pengadaan buku ajar ini, melalui program hibah penulisan buku ajar dan pedoman pembelajaran, tahun 2018.

Buku ajar ini telah disusun berdasarkan Rencana Pembelajaran Semester, yang dibuat berdasarkan kurikulum D-III Analis Kimia Fakultas Teknik USB. Buku ini sebagai sumber belajar, disusun untuk memperlancar proses pembelajaran dalam rangka pemenuhan capaian pembelajaran lulusan (CPL) D-III analisis Kimia.

Setelah membaca secara keseluruhan, saya Kaprodi D-III Analis kimia Fakultas Teknik USB berpendapat, bahwa buku ajar Analisis Air dan Air Limbah ini layak untuk dimiliki mahasiswa D-III Analis Kimia USB untuk digunakan dalam proses pembelajaran.

Semoga buku ajar ini bermanfaat untuk mahasiswa, dosen dan institusi.

Surakarta, 2018

Kaprodi D-III Analis Kimia  
Ir. Argoto Mahayana, S.T., M.T.



## KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Alloh SWT, yang telah melimpahkan rahmat dan anugerahNYA, sehingga saya mempunyai kesempatan untuk dapat menerbitkan buku ajar Analisis Air dan Air Limbah, dengan pendanaan dari Direktur Pembelajaran, Direktorat Jenderal Pembelajaran & Kemahasiswaan Kemenristekdikti dengan lancar.

Buku ajar Analisis Air dan Air Limbah disusun berdasarkan RPS untuk pemenuhan CPL. Buku ini khususnya diperuntukkan bagi mahasiswa D-III Analis Kimia Fakultas Teknik USB, namun dapat juga digunakan sebagai referensi prodi lain yang mempunyai capaian pembelajaran sama. Isi buku analisis air dan air limbah ini, lebih ditekankan pada kompetensi lulusan analisis kimia, sebagai analis laboratorium yang akan mempunyai kewenangan dalam melakukan analisis parameter kimia dalam sampel air. Untuk itu penulisan buku ini lebih ditekankan pada bahan kajian analisis parameter pada sampel air dan air limbah. Metode uji mengutamakan metode terstandar, seperti Standar Nasional Indonesia (SNI). Buku ini juga dilengkapi dengan contoh-contoh pelaksanaan pengujian dan perhitungan data analisis parameter uji. Penulis juga memanfaatkan hasil penelitian untuk memperkaya keilmuan buku ini. Buku ini juga dilengkapi dengan latihan-latihan analisis parameter, agar mahasiswa semakin terampil dalam melakukan analisis parameter uji.

Penyelesaian buku ajar ini, mendapatkan *supporting* dari berbagai pihak, untuk itu dengan kerendahan hati ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Dr. Ir. Paristiyanti Nurwardani, MP., selaku Direktur Pembelajaran, Direktorat Jenderal Pembelajaran dan

- Kemahasiswaan Kemenristekdikti, yang telah memberikan kesempatan penulis untuk menulis buku ajar melalui program hibah buku ajar dan pedoman pembelajaran tahun 2018.
2. Dr. Ir. Djoni Tarigan, MBA, Rektor Universitas Setia Budi, yang telah memberikan kesempatan untuk berkompetisi dan menghasilkan buku ajar ber ISBN.
  3. Ir. Petrus Darmawan, S.T., M.T., Dekan Fakultas Teknik USB, yang telah memberikan arahan dalam proses pembelajaran.
  4. Ir. Argoto Mahayana, S.T., M.T., Ketua Program Studi D-III Analis Kimia Fakultas Teknik USB.
  5. Dr. M. Masykuri, M.Si., Pakar Kimia Analisis Program Pasca Sarjana UNS, yang telah menyediakan waktu untuk mereview buku ajar Analisis Air dan Air Limbah
  6. Drs. Suseno, M.Si., Dosen D-III Analis Kimia USB, *Peergrup* Analisis Kimia, yang telah mereview buku ajar Analisis Air dan Air Limbah
  7. Dra. Nur Hidayati, M.Pd., Dosen D-III Analis Kesehatan USB, yang telah mereview buku ajar Analisis Air dan Air Limbah
  8. Bpk Dwi Sasongko, suami tercinta telah merelakan waktunya untuk proses pembuatan buku ini.
  9. Berbagai pihak yang telah membantu dalam proses pembuatan buku ajar ini, Mas Daniel, Mas Royan, dsb.

Penulis

## DAFTAR ISI

SAMBUTAN DEKAN FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS SETIA BUDI SURAKARTA .....	v
SAMBUTAN KETUA PROGRAM STUDI D-III ANALIS KIMIA, FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS SETIA BUDI SURAKARTA .....	vii
KATA PENGANTAR .....	x
DAFTAR ISI .....	x
DARTAR TABEL .....	xv
DAFTAR GAMBAR .....	xvi
BAB I. SUMBER AIR LIMBAH DAN TEKNIK SAMPLING AIR LIMBAH .....	1
A. PENDAHULUAN .....	1
1. Diskripsi singkat cakupan materi .....	1
2. Kemampuan akhir yang diharapkan .....	1
B. PENYAJIAN .....	2
1. Pencemaran Air .....	2
2. Parameter Pencemaran Air .....	6
3. Menentukan Status Mutu Air .....	18
C. PENUTUP .....	23
1. Rangkuman.....	23
2. Evaluasi dan Kunci Jawaban .....	24
3. Tindak Lanjut .....	24
BAB II. MELAKUKAN ANALISIS PARAMETER FISIKA (pH, SUHU, WARNA & TSS), DAN PROSES NETRALISASI, KOAGULASI-FLOKULASI .....	25
A. Pendahuluan .....	25

1. Deskripsi singkat cakupan materi .....	25
2. Kemampuan Akhir yang Diharapkan .....	25
B. Penyajian .....	26
Melakukan Analisis Derajat Keasaman (pH).....	26
2. Melakukan Analisis Parameter Suhu .....	31
3. Melakukan Analisis Warna Air dan Air Limbah.....	33
4. Melakukan Analisis Parameter TSS .....	38
C. Penutup .....	45
1. Rangkuman .....	45
2. Evaluasi & Kunci Jawaban .....	45
3. Tindak Lanjut .....	46
<b>BAB III. MENGANALISIS OKSIGEN TERLARUT (DISOLVED OXYGEN/DO) AIR DAN AIR LIMBAH DENGAN PROSES AERASI.....</b>	<b>47</b>
A. Pendahuluan .....	47
1. Deskripsi singkat cakupan materi .....	47
2. Kemampuan akhir yang diharapkan .....	47
B. Penyajian .....	48
1. Keberadaan Oksigen Terlarut (Disolved Oxigen/DO) dalam air .....	48
2. Melakukan Analisis Oksigen Terlarut dalam Air dan Air Limbah .....	49
3. Melakukan Proses Aerasi .....	60
C. Penutup .....	60
1. Rangkuman .....	60
2. Evaluasi & Kunci Jawaban .....	62

	3. Tindak Lanjut.....	62
BAB IV.	MENGHITUNG <i>BIOLOGICAL OXYGEN DEMAND</i> (BOD) AIR DAN AIR LIMBAH .....	63
	A. Pendahuluan .....	63
	1. Deskripsi singkat cakupan materi .....	63
	2. Kemampuan Akhir yang Diharapkan (KAD) .	63
	B. Penyajian .....	64
	1. Dasar Teori Analisis BOD dalam Air .....	64
	2. Melakukan Analisis BOD Air dan Air Limbah Secara Titimetri .....	66
	3. Contoh Analisis Angka BOD <sub>5</sub> Pada Sampel Air dan Air Limbah .....	85
	4. Pengecekan Ketelitian Pelaksanaan Analisis BOD .....	89
	C. Penutup .....	90
	1. Rangkuman .....	90
	2. Evaluasi dan Kunci Jawaban .....	90
	3. Tindak Lanjut .....	92
BAB V.	ANALISIS <i>CHEMICAL OXYGEN DEMAND</i> (COD) AIR DAN AIR LIMBAH INDUSTRI.....	93
	A. Pendahuuan .....	93
	1. Deskripsi singkat cakupan materi .....	93
	2. Kemampuan Akhir yang Diharapkan (KAD) ..	93
	B. Panyajian .....	94
	1. Dasar Teori Analisis COD Dalam Sampel Air dan Air Limbah Industri .....	94
	2. Analisis COD metode Spektrofotometri .....	100

3. Analisis COD Metode Refluk Tertutup Secara Titrimetri .....	123
C. Penutup 125	
1. Rangkuman .....	125
2. Evaluasi & Kunci Jawaban .....	126
3. Tindak Lanjut .....	128
BAB VI. ANALISIS FENOL AIR DAN AIR LIMBAH .....	129
A. Pendahuluan .....	129
1. Deskripsi singkat cakupan materi .....	129
2. Kemampuan akhir yang diharapkan .....	129
B. Penyajian .....	130
1. Dasar Teori Analisis Fenol dalam Air dan Air Limbah .....	130
2. Analisis Fenol dalam Air dan Air Limbah Industri .....	132
C. Penutup .....	145
1. Rangkuman .....	145
2. Evaluasi & Kunci Jawaban .....	146
3. Tindak Lanjut .....	146
BAB VII. ANALISIS PARAMETER PHOSPHAT DALAM AIR DAN AIR LIMBAH .....	147
A. Pendahuluan .....	147
1. Deskripsi singkat cakupan materi .....	147
2. Kemampuan akhir yang diharapkan .....	147
B. Penyajian .....	148
1. Dasar Teori Analisis Phosphat dalam Air Limbah .....	148

2. Analisis Phospat Air dan Air Limbah .....	152
3. Contoh analisis parameter phosphate dalam sampel air dan air limbah .....	159
C. Penutup.....	162
1. Rangkuman .....	162
2. Evaluasi & Kunci Jawaban .....	162
3. Tindak Lanjut .....	163
BAB VIII. ANALISIS PARAMETER NITROGEN(N-NH <sub>3</sub> , N-NO <sub>2</sub> , N-NO <sub>3</sub> ) AIR DAN AIR LIMBAH .....	165
A. Pendahuluan .....	165
1. Deskripsi singkat cakupan materi .....	165
2. Kemampuan akhir yang diharapkan .....	165
B. Penyajian .....	165
1. Dasar Teori Analisis Nitrit dalam Air dan Air Limbah.....	165
2. Analisis Nitrogen Air dan Air Limbah .....	170
C. Penutup .....	195
1. Rangkuman.....	195
2. Evaluasi & Kunci Jawaban .....	196
3. Tindak Lanjut .....	196
DAFTAR PUSTAKA .....	198
GLOSARI .....	203

## DAFTAR TABEL

Tabel 1.	Hasil uji logam berat pada air limbah industri batik.....	14
Tabel 2.	Penentuan Sistem Nilai untuk Menentukan Status Mutu Air .....	21
Tabel 3.	Data hasil uji kualitas air KJA WGM 2016 .....	22
Tabel 4.	Hasil Perhitungan Skor dengan Metode Storet .....	23
Tabel 5.	Data Monitoring Perairan .....	24
Tabel 6.	Contoh Data kalibrasi pH meter .....	29
Tabel 7.	Contoh data analisis pH air limbah bihun .....	30
Tabel 8.	Contoh Data Penimbangan Analisis TSS Air Limbah Tahu.....	43
Tabel 9.	Data Penimbangan Sampel Air Limbah .....	45
Tabel 10.	Suhu Penyimpanan Sampel Uji BOD .....	76
Tabel 11.	Jumlah Sampel Uji .....	79
Tabel 12.	Data hasil Analisis Sampel Air Limbah Domestik Dari IPAL di Surakarta.....	91
Tabel 13.	Perbandingan rata-rata angka BOD/COD untuk beberapa jenis air .....	95
Tabel 14.	Jenis zat yang tidak atau dapat dioksidasi melalui analisis COD dan BOD .....	98
Tabel 15.	Angka COD Air Limbah Industri .....	99
Tabel 16.	Data Analisis COD Sampel Air Limbah .....	110
Tabel 17.	Contoh Data Pengujian Sampel .....	121
Tabel 18.	Daftar Baku Mutu Fenol dalam Limbah Industri ...	131
Tabel 19.	Baku Mutu Phospat Dalam Air Permukaan Sesuai PP 82/2001 .....	151
Tabel 20.	Data Absorbansi larutan standar nitrit.....	192
Tabel 21.	Data Absorbansi Sampel .....	193



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Peta Sebaran Mutu Air WGM .....	2
Gambar 2.	Sumber Pencemaran Air .....	3
Gambar 3	Sebaran Kandungan Mikrobiologi Perairan WGM.....	17
Gambar 4.	pH Meter .....	26
Gambar 5.	Kurva Kalibrasi Ph .....	29
Gambar 6.	Warna biru iod-amilum.....	50
Gambar 7.	Botol Winkler .....	51
Gambar 8.	Peningkatan DO setelah aerasi .....	60
Gambar 9.	Flow Analisis DO Metode Titrimetri.....	61
Gambar 10.	Flow diagram perisapan bibit mikroba .....	71
Gambar 11.	Alat khusus pengambil sampel air untuk analisis BOD .....	75
Gambar 12.	Warna Larutan Sebelum Reaksi Oksidasi .....	94
Gambar 13.	Sebaran Angka COD Perairan WGM Wonogiri ...	100
Gambar 14.	Proses digesti dalam digestion vessel .....	104
Gambar 15.	Proses Refluks .....	105
Gambar 16.	Alat Spektrofotometer UV-Vis .....	106
Gambar 17.	Regresi Linear .....	106
Gambar 18.	Grafik Regresi Linear Larutan Standard .....	111
Gambar 19.	Tube Digestion Vessel .....	113
Gambar 20.	Pengambilan Sampel Air .....	116
Gambar 21.	Alat Refluk tertutup .....	117
Gambar 22.	Warna campuran setelah refluk .....	118

Gambar 23.	Setelah penambahan indikator feroin .....	118
Gambar 24.	Perubahan warna TAT, hijau kebiruan ke merah kecoklatan .....	119
Gambar 25.	Outlet IPAL Domestik Kedungtungkul Surakarta.....	121
Gambar 26.	Campuran sampel dan K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> dalam tube....	125
Gambar 27.	COD Reaktor Lovibond RD .....	125
Gambar 28.	Alat COD Meter Lovibond MD .....	125
Gambar 29.	Reaksi Fenol dengan 4-aminoantipirin .....	133
Gambar 30.	Alat sampling tipe Bailer .....	136
Gambar 31.	Sebaran P-PO <sub>4</sub> Perairan WGM .....	149
Gambar 32.	Beban Pencemaran Phosphat dari Air Limbah Pertanian Setelah Pemupukan .....	149
Gambar 33.	Sumber Polutan Phosphor di dari Pakan Ikan di KJA WGM .....	150
Gambar 34.	Deretan Larutan kurva kalibrasi .....	156
Gambar 35.	Warna Sampel + Reagen .....	157
Gambar 36.	Regresi Linear Analisis Sampel Air Limbah Industri Sabun .....	160
Gambar 37.	Kurva Kalibrasi Amonia .....	179
Gambar 38.	Sampel yang telah ditambah sarutan sulfanilamida dan NED Dihydrochlorida .....	182
Gambar 39.	Kurva Panjang Gelombang Maksimal Nitrit .....	191
Gambar 40.	Operating Time Pengukuran Nitrit.....	192
Gambar 41.	Kurva Kalibrasi dan Regresi Linear Larutan Standar Nitrit.....	193



# **BAB I.**

## **SUMBER AIR LIMBAH DAN TEKNIK SAMPLING AIR LIMBAH**

### **A. PENDAHULUAN**

#### **1. Diskripsi singkat cakupan materi**

Bab ini akan membekali anda pengetahuan tentang darimana air limbah berasal, darimana sumber air bersih. Agar air limbah tidak mencemari lingkungan maka harus memenuhi baku mutu air limbah. Sebagai analis kimia anda juga dibekali pengetahuan parameter yang perlu dianalisis di laboratorium untuk menentukan kualitas air tersebut. Setelah pengetahuan tentang sumber air limbah, parameter kualitas air, maka anda harus trampil dalam menentukan status mutu air berdasarkan hasil pemeriksaan laboratorium menggunakan metode Storet. Keterampilan melakukan sampling air dan air limbah dengan benar, juga akan kita diskusikan dalam bab ini.

#### **2. Kemampuan akhir yang diharapkan**

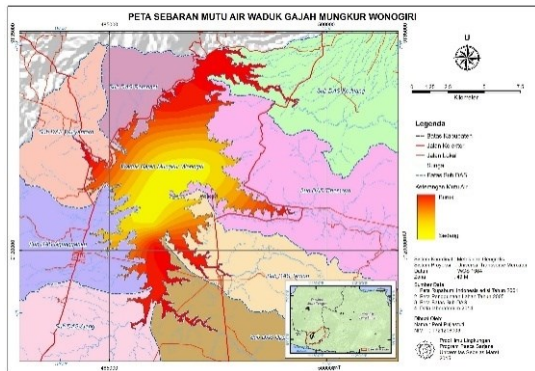
Setelah mengikuti pembelajaran ini, maka anda akan mampu melakukan sampling air, menentukan status mutu air berdasarkan metode Storet dengan benar

## B. PENYAJIAN

### 1. Pencemaran Air

Ketika anda melihat air sungai yang berwarna hitam pekat, anda berfikir bahwa air sungai tersebut telah tercemar, apa yang penyebabnya? Pencemaran air adalah penyimpangan sifat-sifat air dari keadaan normal, bukan dari kemurniannya. Air yang tersebar di alam semesta ini tidak pernah terdapat dalam bentuk murni, namun bukan berarti bahwa semua air sudah tercemar. Misalnya, walaupun di daerah pegunungan atau hutan yang terpencil dengan udara bersih dan bebas dari pencemaran, air hujan yang turun di atasnya selalu mengandung bahan-bahan terlarut, seperti  $CO_2$ ,  $O_2$ ,  $N_2$ , serta bahan-bahan tersuspensi misalnya debu, partikel lainnya yang terbawa air hujan dari atmosfer.

Air permukaan seperti air laut, air sungai, air danau, air waduk dan air sumur pada umumnya mengandung bahan-bahan kimia seperti Na, Mg, Ca, dan Fe. Air yang mengandung komponen tersebut dalam jumlah lebih tinggi disebut air sadah. Dari contoh-contoh di atas jelas bahwa air yang tidak tercemar tidak selalu merupakan air murni, tetapi merupakan air yang tidak mengandung bahan-bahan asing tertentu dalam jumlah melebihi batas yang telah ditetapkan sehingga air tersebut dapat digunakan secara



***Gambar 1. Peta Sebaran Mutu Air  
WGM***

normal untuk keperluan tertentu, misalnya untuk air minum, air bersih, industri, berenang, perikanan, pertanian.

Jadi adanya benda-benda asing yang mengakibatkan air tersebut tidak dapat digunakan sesuai dengan peruntukannya secara normal disebut **pencemaran air**. Perhatikan gambar di bawah ini, Gambar 1. menunjukkan sebaran pencemaran air di wilayah waduk Gajah Mungkur Wonogiri. Pada Gambar 1 menunjukkan status mutu air pada perairan waduk Gajah Mungkur Wonogiri (WGM), yang ditinjau dari mutu air kelas dua (2), WGM memiliki status tercemar ringan sampai tercemar berat.

Mari kita perhatikan bagaimana kondisi air sungai, air laut ataupun air waduk di Indonesia. Silakan anda buka laptop, lakukan penelusuran di internet selama 10 menit, hasilkan akan kita diskusikan.

### **Tugas kelompok (2 mhs)**

Coba perhatikan kondisi air sungai atau air waduk disekitar anda, potretlah dan berikan pendapat anda apakah ada indikasi terjadi pencemaran air. kirimkan lewat email [peni.usb@gmail.com](mailto:peni.usb@gmail.com)

- a. Dari mana sumber pencemar masuk ke dalam air?

Setelah anda mempelajari tentang pencemaran air, selanjutnya anda harus tahu dari mana saja sumber pencemar yang masuk ke air, sehingga mampu menyebabkan pencemaran air. Sumber pen-



**Gambar 2. Sumber Pencemaran Air, sumber: <http://google>**

cemar dapat berasal dari industri yang membuang limbahnya ke badan air, tanpa mengalami pengolahan dan tanpa mengontrol kualitas air limbah tersebut.

Gambar 2 menunjukkan air limbah kegiatan penduduk yang langsung dibuang ke badan air sungai. Anda perlu mengetahui sumber pencemar yang masuk ke waduk, seperti waduk Gajah Mungkur Wonogiri menerima beban pencemaran yang berasal dari kegiatan penduduk *exogenous* dan *indigenous*. (Pujiastuti, Pranoto, & Ismail, 2013). Polutan dari *exogenous* ini berasal dari kegiatan penduduk di Daerah Tangkapan air (DTA) yang masuk ke waduk melalui 6 sungai besar (DAS). Sedangkan kegiatan *indigenous* adalah kegiatan budidaya ikan dalam karamba jaring apung (KJA).

**Tugas anda** adalah mencari sumber pencemar melalui media online, kemudian buatlah ppt dan presentasikan untuk didiskusikan.

b. Menunjukkan indikator terjadinya pencemaran air

Indikator bahwa air lingkungan telah tercemar adalah adanya perubahan yang dapat diamati melalui adanya:

1) Perubahan suhu air

Suatu proses dalam industri seringkali disertai dengan timbulnya panas, bisa dari gerakan mesin. Penghilangan panas dilakukan dengan air pendingin. Bekas Air pendingin yang telah menyerap panas tersebut dibuang ke lingkungan air, sehingga menyebabkan perubahan suhu air. Makin tinggi kenaikan suhu air, maka makin sedikit kadar oksigen terlarut di dalamnya. Akibatnya mengganggu kehidupan biota air.

2) Perubahan pH

Syarat pH air yang normal yaitu 6,5 – 7,5. Air limbah domestik maupun industri yang dibuang ke sungai akan

mengubah pH air tersebut, yang pada akhirnya dapat mengganggu kehidupan biota air.

3) Perubahan warna, bau dan rasa air

Air yang normal adalah jernih tak berwarna. Air limbah industri yang dibuang ke sungai secara langsung seringkali merubah warna air di sungai tersebut. Sebagai contoh industri batik di sentra batik wilayah Laweyan, Sondakan, Semanggi, bila kita perhatikan warna air Sungai Jenes berubah setiap harinya sesuai dengan warna air buangan industri batik disekitarnya.

Air yang normal adalah tidak berbau. Bau yang keluar dari dalam air dapat disebabkan oleh buangan air limbah industri yang memang sudah berbau, ataupun berasal dari hasil degradasi bahan buangan industri yang ada di dalam air oleh mikroorganisme yang hidup di air tersebut.

4) Timbulnya endapan, koloid dan bahan terlarut

Endapan dan koloidal serta bahan terlarut berasal dari buangan industri yang berbentuk padat. Endapan yang tidak dapat larut sempurna akan membentuk koloidal. Bahan buangan tersebut dapat berupa zat organik maupun anorganik. Apabila berupa zat organik, maka akan didegradasi oleh mikroorganisme, sehingga dapat menyebabkan kandungan oksigen dalam air berkurang. Akan tetapi bila berupa zat anorganik maka air sungai akan mendapat tambahan ion-ion logam berat, seperti Cu, Fe, Pb, Cd, Cr dan lain-lain.

5) Adanya mikroorganisme

Mikroorganisme sangat berperan dalam degradasi bahan buangan dari kegiatan industri yang dibuang ke lingkungan air. Semakin banyak mikroorganisme yang berperan mendegradasi limbah industri, berakibat berkurangnya oksigen dalam air di lingkungan tersebut,



sehingga akan mempengaruhi kehidupan biota air. Ada beberapa jenis ikan yang tidak dapat hidup dengan kadar oksigen terlarut dibawah 4 ppm.

6) Meningkatkan radioaktivitas air lingkungan

Zat radiokatif dapat menyebabkan berbagai macam kerusakan biologis apabila tidak ditangani dengan benar, baik melalui efek langsung maupun efek tertunda, maka tidak dibenarkan bila membuang bahan sisa radioaktif ke lingkungan.

Indikator-indikator pencemaran air tersebut, akan anda dapatkan datanya setelah anda melakukan analisis terhadap parameter-parameter di dalam indikator tersebut di dalam laboratorium.

## **2. Parameter Pencemaran Air**

Setelah anda mengenal sumber pencemar yang masuk ke badan air dan indikator terjadinya pencemaran air, sehingga berpotensi menimbulkan pencemaran air. Selanjutnya anda sebagai seorang analis kimia harus mengenal parameter-parameter pencemaran air, yang nantinya sampel air tersebut akan anda analisis di laboratorium.

Parameter fisika, kimia dan biologi yang dianalisis di laboratorium dapat digunakan untuk menentukan tingkat pencemaran air.

a. Parameter Fisika

1) Suhu

Industri dalam prosesnya sering menggunakan air sebagai pendingin. Air tersebut setelah digunakan akan mendapatkan panas dari bahan yang didinginkan, kemudian di buang ke sungai atau sumber air lainnya. Air buangan tersebut mungkin mempunyai suhu lebih tinggi daripada air di sungai. Akibatnya jumlah oksigen terlarut

dalam air akan menurun, meningkatkan kecepatan reaksi kimia, mengganggu kehidupan ikan dan hewan air lainnya, jika batas suhu yang mematikan terlampaui maka ikan dan hewan lainnya mungkin akan mati.

Pengukuran suhu air dilakukan dalam seri. Untuk Danau yang dalamnya kurang dari 2 meter, pengukuran di permukaan dan di dasar danau sudah cukup. Untuk air dengan kedalaman lebih dari 2 meter, pengukuran dilakukan setiap 2 meter ke bawah. Untuk daerah tertentu dapat dilakukan setiap 0,5 meter. Metode pengukuran yang lebih baik ialah dengan termistor, alat ini menggunakan baterai, skala suhu dinyatakan dalam °F dan °C. Dapat juga digunakan termometer maksimum-minimum. Baku mutu air kelas I, II, III dan IV, suhu yang diinginkan normal sesuai dengan kondisi lingkungan setempat. Sedang untuk baku mutu air limbah industri di Jawa Tengah disyaratkan memiliki maksimal suhu 38 °C.

## 2) Warna dan Kekeruhan

Warna air memberi petunjuk akan jumlah benda yang tersuspensi dan terlarut. Warna merupakan parameter yang dapat diamati di lapangan secara langsung. Anda dapat menggunakan komparator warna dan skala standar. Warna air mudah ditentukan jika dikaitkan dengan Cakram Secchi. Anda dapat menurunkan cakram sampai kira-kira 60 cm di bawah permukaan air. Jika tidak ada Komparator warna Secchi, penentuan warna dapat anda tentukan secara visual, lakukan dengan memegang tabung reaksi yang penuh dengan contoh air dan diamati dengan latar belakang putih. Diamkan dahulu air agar terjadi pengendapan. Apabila anda tidak melakukan uji warna di lokasi sampling, maka anda dapat mengamatinya di laboratorium. Warna air juga dapat diamati di laboratorium

dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 450-465 nm, dengan menggunakan larutan standar Pt-Co. Pengukuran warna sebenarnya (*true color*) berdasarkan hukum Beers (BSN, 2011).

Kekeruhan menunjukkan sifat optis air, yang mengakibatkan pembiasan cahaya ke dalam air. Kekeruhan membatasi masuknya cahaya ke dalam air. Kekeruhan terjadi karena adanya bahan yang terapung, terurainya zat tertentu seperti bahan organik, jasad renik, lumpur tanah liat dan benda lain yang melayang atau terapung dan halus sekali. Semakin keruh air semakin tinggi daya hantar listriknya dan semakin banyak pula padatannya.

### 3) Padatan

Padatan dalam air terdiri dari bahan organik maupun anorganik yang larut, mengendap maupun tersuspensi. Bahan ini akan mengendap pada dasar air, yang lambat laun akan menimbulkan pendangkalan pada dasar danau, waduk, sungai dll.

Berdasarkan besar partikel padatan dan kelarutannya, padatan dapat dibedakan menjadi beberapa jenis, yaitu:

#### a) Padatan terendap (*sediment*)

Padatan terendap yaitu padatan yang langsung dapat mengendap jika air tidak terganggu untuk beberapa saat.

#### b) Padatan tersuspensi (*Suspended Solid/SS*) dan koloid

Padatan tersuspensi (SS) dan koloid, adalah padatan yang menyebabkan kekeruhan air, tidak terlarut dan tidak dapat langsung mengendap. Dapat diukur dengan Turbidimeter.

c) Padatan terlarut total (*Total Dissolved Suspended*)

Padatan terlarut total, terdiri dari zat-zat organik dan anorganik yang larut dalam air, mineral dan garam-garamnya. Misalnya limbah air pabrik gula biasanya mengandung berbagai jenis gula yang larut, sedangkan air limbah industri kimia sering mengandung mineral seperti Hg, Pb, As, Cd, Cr, Ni. Padatan terlarut total mencerminkan jumlah kepekatan padatan dalam suatu sampel air, dinyatakan dalam milligram per liter atau ppm.

d) Padatan tersuspensi total (*Total Suspended Solid/TSS*)

Dalam metoda analisis zat padat, pengertian TSS adalah residu dari padatan total yang tertahan oleh saringan dengan ukuran partikel maksimal  $2\mu\text{m}$  atau lebih besar dari ukuran partikel koloid. Di Laboratorium, parameter TSS dapat anda analisis secara gravimetri. Prinsip analisis TSS secara gravimetri adalah sampel air atau air limbah yang telah homogen disaring dengan kertas saring yang telah ditimbang. Residu yang tertahan pada saringan dikeringkan sampai mencapai berat konstan pada suhu  $103^{\circ}\text{C}$  sampai dengan  $105^{\circ}\text{C}$ . Kenaikan berat saringan mewakili padatan tersuspensi total (TSS). Jika padatan tersuspensi menghambat saringan dan memperlama penyaringan, diameter pori-pori saringan perlu diperbesar atau mengurangi volume sampel uji. Untuk memperoleh estimasi TSS, dihitung perbedaan antara padatan terlarut total dan padatan total (BSN, 2004).

4) Minyak dan Lemak

Minyak yang terdapat dalam air laut dapat berasal dari pembersihan dan pencucian kapal-kapal laut, pengeboran

minyak di laut, kebocoran kapal pengangkut minyak. Sedangkan minyak yang terdapat dalam air sungai atau air waduk/danau dapat berasal dari kegiatan penduduk, seperti proses pelorodan malam pada industri batik, pembuangan minyak gorang bekas dari kegiatan rumah tangga atau restoran, dan lain-lain. Minyak bersifat tidak larut dalam air, keberadaannya akan menyebabkan menghalangi penetrasi sinar matahari ke dalam air, sehingga akan mengurangi konsentrasi oksigen terlarut dalam air. Secara sederhana di laboratorium, anda dapat menganalisis parameter minyak dan lemak dalam air dan air limbah menggunakan metode gravimetri. Prinsip analisisnya adalah minyak nabati dan minyak mineral dalam sampel air ( $\text{pH} < 2$ ), diekstraksi dengan n-heksana dengan corong pisah. Ekstrak minyak nabati dan minyak mineral didestilasi untuk menghilangkan n-heksana. Residu yang tertinggal pada labu destilasi ditimbang sebagai minyak dan lemak (BSN, 2011).

b. Parameter Kimia

Parameter kimia yang terdapat dalam air dan air limbah dapat anda analisis di laboratorium menggunakan berbagai macam metode. Parameter kimia pada air dan air limbah telah diatur dalam beberapa peraturan, antara lain PP 82 tahun 2001 tentang kualitas air, Pergub Jateng nomor 5 tahun 2015 tentang baku mutu air limbah industri. Parameter kimia yang dapat anda analisis sesuai tujuan analisis sampel, antara lain:

1) Nilai pH, Keasaman dan Alkalinitas

Nilai pH air normal adalah netral antara 6 – 8, sedangkan air tercemar berbeda-beda tergantung pada jenis air limbah yang dibuang. Perubahan keasaman pada air limbah, baik kearah alkali maupun kearah asam, akan mengganggu

kehidupan biota air. Selain itu, air limbah yang bersifat sangat asam dapat menyebabkan korosi pada pipa baja.

Alkalinitas berkaitan dengan kesadahan air. Adanya ion Ca dan Mg di dalam air akan mengakibatkan sifat kesadahan air. Garam-garam ini dapat berbentuk karbonat, sulfat, klorida dan fosfat. Air dengan tingkat kesadahan tinggi sangat merugikan karena dapat menimbulkan kerak, sabun tidak berbasa. Oleh karena itu air yang akan digunakan dalam industri seharusnya kesadahan dihilangkan terlebih dahulu.

Parameter pH termasuk dalam parameter yang dapat dianalisis secara langsung di lokasi sampling. Sebaiknya analisis pH dilakukan dengan menggunakan alat pH meter yang telah dikalibrasi. Prinsip analisisnya adalah metode pengukuran pH berdasarkan pengukuran aktivitas ion  $H^+$  secara potensiometri dengan menggunakan pH meter (BSN, 2004).

## 2) Oksigen Terlarut (*Dissolved Oxygen, DO*)

Oksigen terlarut adalah oksigen yang terlarut dalam air, dan digunakan oleh biota air untuk mempertahankan hidupnya dan untuk berkembang biak. Kadar oksigen terlarut dapat digunakan ukuran untuk menentukan kualitas air. Kehidupan biota air dapat bertahan apabila terdapat oksigen terlarut minimal 5 ppm, selebihnya tergantung pada ketahanan organisme, derajat keaktifannya, kehadiran bahan pencemar, suhu air, dll. Pada air yang digunakan untuk budidaya ikan tertentu mensyaratkan kandungan DO minimal 2 ppm.

Kadar DO dalam air dapat ditentukan secara langsung di lokasi pengambilan sampel. Kadar DO juga dapat diukur di laboratorium secara titrimetri menggunakan metode Winkler. Prinsip analisisnya adalah Oksigen dalam sampel air sungai atau air limbah mengoksidasi  $MnSO_4$ , yang ditambahkan ke

dalam larutan pada keadaan alkalis, sehingga membentuk endapat Mangan Oksida ( $MnO_2$ ). Melalui penambahan  $H_2SO_4$  dan KI maka akan dibebaskan  $I_2$  yang ekuivalen dengan oksigen terlarut.  $I_2$  yang dibebaskan dititrasi dengan tiosulfat standard dengan indikator amilum (Alaerts & Santika, 1987).

### 3) Nitrat ( $N-NO_3$ )

Nitrogen merupakan sumber nitrat, yaitu 78% volume udara. Melalui reaksi fiksasi, nitrogen bebas di udara dirubah menjadi nitrat. Kandungan nitrogen dalam air sebaiknya dibawah 0,3 ppm. Apabila kandungan nitrogen dalam air  $\geq 0,3$  ppm, dapat menyebabkan eutrofikasi yaitu proses pengayaan unsur hara tanaman, yang ditandai dengan tumbuhnya ganggang dengan subur ataupun tumbuhnya enceng gondok dalam perairan.

Sumber nitrat dalam air sungai ataupun air waduk/danau, berasal dari kegiatan pertanian yang menggunakan pupuk anorganik, seperti urea dan ponska. Nitrogen dalam pupuk akan terurai menjadi amonia. Oleh peran bakteri *Nitrosomonas sp* amonia akan mengalami transformasi menjadi senyawa nitrit. Selanjutnya oleh peran bakteri *Nitrobakter sp*, nitrit mengalami transformasi menjadi nitrat.

Kadar nitrat dalam sampel air sungai, air waduk/danau ataupun air limbah industri dapat diamati di laboratorium menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis.

### 4) Amonia ( $N-NH_3$ )

Jika air lingkungan tidak mengalir dengan lancar, maka tumbuhan dan hewan yang telah mati di dalam air akan diuraikan oleh mikroorganismenya pembusuk menjadi amoniak dan senyawa ammonium. Jika terdapat amoniak dalam air dan berubah menjadi nitrat maka ada kemungkinan terbentuk pula nitrit. Nitrit bersifat racun dalam air, walaupun sifatnya tidak terlalu lama, sebab akan segera berubah menjadi nitrat oleh

oksigen terlarut. Sumber amonia dalam air adalah limbah cair dari kegiatan pertanian yang menggunakan pupuk an organik, seperti urea ( $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ), Ponska dan lain-lain.

#### 5) Phosphat ( $\text{P-PO}_4$ )

Sumber phosphor dalam air waduk/danau berasal dari sisa pakan ikan yang tidak termakan oleh ikan dan feses ikan pada budidaya ikan dalam KJA. Pemakaian deterjen yang mengandung juga dapat menyumbangkan phosphor dalam air.

Kadar phosphat dalam air dan air limbah dapat anda tentukan di laboratorium menggunakan metode spektrofotometri secara asam askorbat. Prinsip analisisnya adalah dalam suasana asam, amonium molibdat dan kalium antimonil tartrat bereaksi dengan ortophosphat membentuk asam fosfomolibdat, selanjutnya direduksi oleh asam askorbat menjadi kompleks biru molibden (BSN, 2005).

#### 6) Logam Berat

Logam berat juga merupakan komponen pencemar air, diantaranya Hg, Pb, As, Cd, Cr, Ni. Logam berat ini disinyalir berasal dari limbah industri kimia, industri tekstil, industri logam. Bahan buangan anorganik pada umumnya berupa limbah yang tidak dapat membusuk dan sulit didegradasi oleh mikroorganisme. Apabila bahan buangan anorganik ini masuk ke air lingkungan maka akan terjadi peningkatan jumlah ion logam di dalam air. Bahan buangan anorganik biasanya berasal dari industri yang melibatkan penggunaan unsur-unsur logam seperti timbal (Pb), arsen (As), kadmium (Cd), air raksa (Hg), chrom (Cr), nikel (Ni), kalsium (Ca), magnesium (Mg), kobalt (Co) dan lain-lain. Apabila ion-ion logam yang terjadi di dalam air berasal dari logam berat maupun logam bersifat racun seperti timbal (Pb), arsen (As) dan air raksa (Hg), maka air yang mengandung ion-ion logam tersebut sangat berbahaya



bagi tubuh manusia. Logam berat tersebut diketahui dapat terakumulasi dalam tubuh suatu organisme dan tetap tinggal dalam tubuh dalam jangka waktu yang lama sebagai racun yang terakumulasi.

Analisis parameter logam berat dalam air dan air limbah industri, dapat anda lakukan di laboratorium, menggunakan berbagai metode analisis, misalnya dengan spektrofotometer serapan atom (SSA). Sebagai contoh logam berat krom (Cr) dalam sampel air dan air limbah industri dapat anda analisis menggunakan SSA-tungku karbon, pada panjang gelombang 357,9 nm. Prinsip analisisnya adalah ion kromium disuntikkan ke dalam tungku karbon, kemudian diatomisasi dengan energi elektrotermal, dengan melalui tahap pengeringan, pengabuan dan pengatoman. Kromium dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda berongga dan besarnya absorban berbanding lurus dengan konsentrasi (BSN, 2009).

Hasil uji laboratorium terhadap air sampel limbah industri, dari 26 industri batik printing maupun sablon daerah Laweyan, Sondakan dan Semanggi Surakarta Jawa Tengah dapat anda perhatikan pada tabel 1 di bawah ini. Bila kita perhatikan hasil analisis laboratorium terhadap baku mutu, maka kadar logam berat dalam sampel air limbah tersebut memenuhi baku mutu.

***Tabel 1. Hasil uji logam berat pada air limbah industri batik***

No	Parameter	BKM (mg/L)*	Hasil Uji (mg/L)	
			Min	Max
1	Fe	10	0,654	1,996
2	Cd	0,10	0,001	0,085
3	Cu	3	0,680	1,972
4	Ni	0,5	0,002	0,045
5	Zn	10	0,002	0,089

Ket. \* Baku mutu air limbah industri, SK.Gub. No. 660.1/02/1997

### 7) BOD (Biochemical Oxygen Demand)

BOD merupakan aspek biokimia pencemaran air, yang menunjukkan jumlah oksigen terlarut yang dibutuhkan oleh organisme hidup untuk menguraikan atau mengoksidasi bahan-bahan buangan organik di dalam air. Jadi nilai BOD tidak mengukur beban bahan organik yang sebenarnya, tetapi hanya mengukur secara relatif jumlah oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi bahan buangan organik tsb. Jika konsumsi oksigen tinggi, yang ditunjukkan dengan semakin kecilnya sisa oksigen terlarut di dalam air, maka berarti kandungan bahan buangan yang membutuhkan oksigen adalah tinggi. Organisme hidup yang bersifat aerobik membutuhkan oksigen untuk proses reaksi biokimi, yaitu untuk mengoksidasi bahan organik, sintesis sel dan oksidasi sel.

BOD dapat diterima bilamana jumlah oksigen yang akan dihabiskan dalam waktu 5 (lima) hari oleh mikroorganisme pengurai aerobik dalam volume limbah pada suhu 20°C. Hasilnya dinyatakan dengan ppm. Jadi jika BOD sebesar 200 ppm berarti bahwa 200 mg oksigen akan dihabiskan oleh sampel limbah sebanyak 1 liter dalam waktu 5 hari pada suhu 20°C.

### 8) COD (Chemical Oxigen Demand)

Angka COD menunjukkan banyaknya oksigen yang diperlukan oleh oksidator kalium dikromat untuk mengoksidasi zat-zat organik yang terkandung dalam air limbah menjadi karbondioksida dan uap air. Angka COD merupakan ukuran bagi pencemaran air oleh zat-zat organik yang secara alamiah dapat dan tidak dapat dioksidasi melalui proses mikrobiologi dan mengakibatkan berkurangnya oksigen terlarut dalam air.

Angka COD dalam sampel air dan air limbah industri, dapat anda analisis menggunakan metode spektrofotometri pada  $\lambda$  600 nm. Prinsip analisisnya adalah senyawa organik dalam sampel dioksidasi oleh  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  dalam refluks tertutup menghasilkan  $\text{Cr}^{3+}$ . Jumlah oksidan yang dibutuhkan dinyatakan dalam ekuivalen oksigen ( $\text{O}_2$ ) diukur secara spektrofotometri sinar tampak (BSN, 2009).

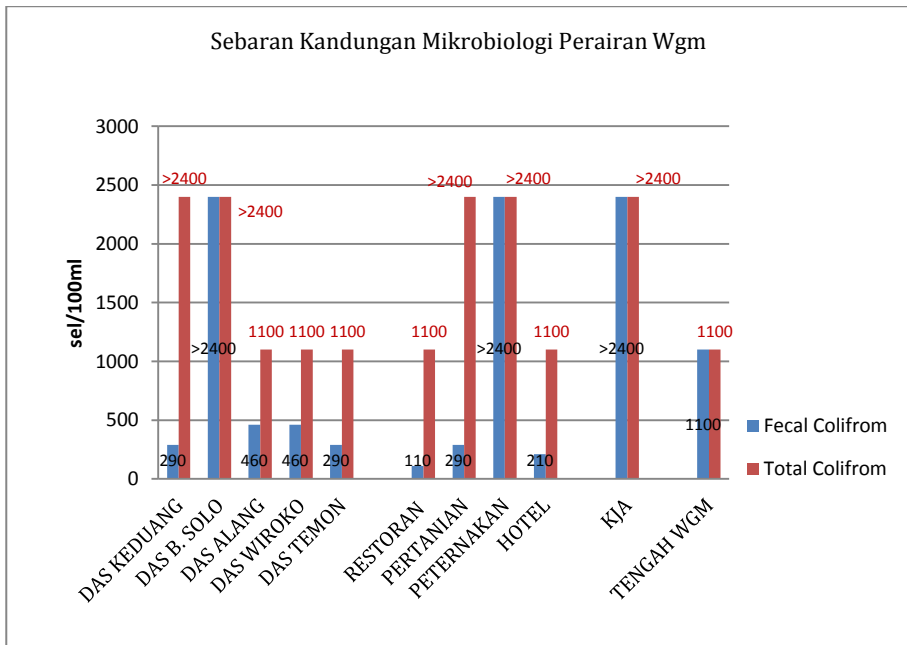
Sebagai contoh hasil analisis COD, dapat anda perhatikan hasil uji laboratorium pada beberapa jurnal penelitian. Misalnya pada penelitian kualitas air waduk di WGM, menunjukkan bahwa nilai COD perairan berkisar antara 14,27–38,83 mg/l, dengan nilai rata-rata 26,48 mg/l (Pujiastuti, Pranoto, & Ismail, 2013). Rata-rata angka COD limbah industri tahu lebih dari 655 mg/L  $\text{O}_2$ .

### c. Parameter Biologi

Parameter mikrobiologi yang dapat anda ukur untuk mengetahui kualitas perairan adalah *FecalColiform* dan total *Coliform*. Bakteri *Coliform* dapat digunakan sebagai indikator adanya pencemaran feces atau kotoran manusia dan hewan di dalam perairan. Golongan bakteri ini umumnya terdapat di dalam feces manusia dan hewan. Oleh sebab itu keberadaannya di dalam air tidak dikehendaki, baik ditinjau dari segi kesehatan, estetika, kebersihan maupun kemungkinan terjadinya infeksi yang berbahaya. Beberapa jenis penyakit dapat ditularkan oleh bakteri *coliform* melalui air, terutama penyakit perut seperti tipus, kolera dan disentri.

Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 82 tahun 200, tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air, mengatur keberadaan *FecalColiform* dan total *Coliform* dalam air sesuai kelas peruntukan air tersebut. Baku Mutu untuk *FecalColiform* dalam air berkisar antara 100 s/d 2000 jml/100 ml, sedangkan total *Coliform* berkisar antara

1000 s/d 10.000 jml/100 ml. Bagi pengelolaan air minum secara konvensional *Fecal Coliform*  $\leq$  2.000 jml/100 ml dan total *Coliform*  $\leq$  10.000 jml/100 ml (Pemerintah Republik Indonesia, 2001). Sebagai contoh hasil analisis laboratorium terhadap parameter *Fecal Coliform* dan total *Coliform* dalam air dapat anda perhatikan pada Gambar berikut (Pujiastuti, Pranoto, & Ismail, 2013):



**Gambar 3. Sebaran Kandungan Mikrobiologi Perairan WGM**

Sebaran *Fecal Coliform* pada perairan Waduk Gajah Mungkur (WGM) Wonogiri berkisar antara 110 s/d >2400 sel/100ml. Sedangkan Total *Coliform* berkisar antara 1100 s/d >2400 sel/100ml. Perairan WGM telah terjadi pencemaran bakteri yang berasal dari feses ikan, feses manusia dan kotoran hewan (Pujiastuti, Pranoto, & Ismail, 2013).

### 3. Menentukan Status Mutu Air

Setelah anda mendapatkan data hasil analisis parameter air, maka untuk menentukan mutu air tersebut anda dapat menggunakan baku mutu air yang dikeluarkan oleh pemerintah. Bagaimana cara menggunakan baku mutu air, marilah kita pelajari materi berikut ini.

#### a. Menggunakan Baku Mutu Air dan Air Limbah

Baku mutu air pada sumber air, disingkat ***baku mutu air***, adalah batas kadar yang diperbolehkan bagi zat atau bahan pencemar terdapat dalam air, namun air tetap berfungsi sesuai dengan peruntukannya. Kualitas air menunjukkan mutu air tersebut. Dalam ketentuan umum Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001, didefinisikan bahwa mutu air adalah kondisi kualitas air yang diukur dan atau diuji berdasarkan peraturan perundang-undangan yang berlaku. Peringkat kualitas dalam menilai kelayakan air untuk dimanfaatkan bagi peruntukannya ditentukan dalam bentuk kelas.

Lakukan penelusuran PP 82/2001 secara *online*, bacalah sebentar (15 menit), kemudian diskusikan dengan teman kelompok anda, tentang pembagian kelas mutu air, ada berapa kelas mutu air dan untuk apa peruntukannya. Simpanlah PP ini beserta lampirannya untuk dipakai pada proses pembelajaran selanjutnya.

PP Nomor 82 Tahun 2001 Pasal (8) klasifikasi mutu air ditetapkan menjadi 4 (empat) kelas, yaitu:

#### 1) Kelas satu

Mutu air kelas satu yaitu air yang peruntukannya dapat digunakan untuk air baku air minum, dan atau peruntukan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.

2) Kelas dua

Mutu air kelas dua adalah air yang peruntukannya dapat digunakan untuk prasarana/sarana rekreasi, pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengairi pertanaman, dan atau peruntukan yang mensyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.

3) Kelas tiga

Mutu air kelas tiga adalah air yang peruntukannya dapat digunakan untuk pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengairi pertanaman, dan atau peruntukan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.

4) Kelas empat

Mutu air kelas empat adalah air yang peruntukannya dapat digunakan untuk mengairi pertanaman dan atau peruntukan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.

Setelah anda dapat menjelaskan baku mutu air berdasarkan PP 82/2001 tersebut, maka selanjutnya anda juga harus mempelajari baku mutu yang diperuntukkan air limbah industri yang dikeluarkan oleh pemerintah daerah setempat, seperti Gubernur. Di Jawa Tengah, Gubernur mengeluarkan peraturan nomor 5 tahun 2012 tentang baku mutu air limbah industri.

Lakukan penelusuran baku mutu air limbah industri yang dikeluarkan oleh Gubernur Jateng. Kemudian lakukan diskusi dengan kelompok anda, seperti apa baku mutu air limbah industri batik, industri pengecoran logam, industri etanol, industri tahu, dll. Masing-masing kelompok berbeda industri. Setiap kelompok 2 industri. Selanjutnya hasilnya didiskusikan dengan kelompok lain melalui presentasi

b. Menentukan Status Mutu Air Berdasarkan Metode Storet

Metoda STORET merupakan salah satu metoda untuk menentukan status mutu air yang umum digunakan. Dengan metoda STORET ini dapat diketahui parameter-parameter yang telah memenuhi atau melampaui baku mutu air. Secara prinsip metoda STORET adalah membandingkan antara data kualitas air dengan baku mutu air yang disesuaikan dengan peruntukannya guna menentukan status mutu air. Cara untuk menentukan status mutu air adalah dengan menggunakan sistem nilai dari "US-EPA (*Environmental Protection Agency*)" dengan mengklasifikasikan mutu air dalam empat kelas, yaitu (MenLH, 2003),

- 1) Kelas A: baik sekali, skor = 0 → memenuhi baku mutu
- 2) Kelas B: baik, skor = -1 s/d -10 → cemar ringan
- 3) Kelas C: sedang, skor = -11 s/d -30 → cemar sedang
- 4) Kelas D: buruk, skor  $\geq$  -31 → cemar berat

Penentuan status mutu air dengan menggunakan metoda STORET dapat anda lakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut:

- 1) Pertama, lakukan pengumpulan data kualitas air dan debit air secara periodik sehingga membentuk data dari waktu ke waktu (*time series data*). Data kualitas air merupakan data hasil analisis laboratorium pada sampel air. Untuk memudahkan perhitungan skor pada tahap-tahap berikutnya, anda dapat menggunakan program *excell*.
- 2) Kedua, bandingkan data hasil pengukuran dari masing-masing parameter air dengan nilai baku mutu yang sesuai dengan kelas air.
  - a) jika hasil pengukuran memenuhi nilai baku mutu air (hasil pengukuran < baku mutu) maka berikan skor nol (0).

- b) Jika hasil pengukuran tidak memenuhi nilai baku mutu air (hasil pengukuran > baku mutu), maka berikan skor sesuai dengan tabel 1.

***Tabel 2. Penentuan Sistem Nilai untuk Menentukan Status Mutu Air***

Jumlah parameter	Nilai	Parameter		
		Fisika	Kimia	Biologi
< 10	Maksimum	-1	-2	-3
	Minimum	-1	-2	-3
	Rata-rata	-3	-6	-9
> 10	Maksimum	-2	-4	-6
	Minimum	-2	-4	-6
	Rata-rata	-6	-12	-18

- 3) Tahap ke tiga, hitunglah jumlah negatif dari seluruh parameter dan anda tentukan status mutunya dari jumlah skor yang didapat dengan menggunakan sistem nilai.

Sebagai contoh penentuan status mutu air dapat kita gunakan hasil penelitian Pujiastuti, P., (2016) yaitu pemantauan kualitas air di KJA WGM, sesuai peruntukan baku mutu air kelas 2. Anda perhatikan data pada tabel 2, data tersebut merupakan hasil analisis laboratorium terhadap beberapa parameter air pada sampel air Karamba Jaring Apung (KJA) di WGM.



***Tabel 3. Data hasil uji kualitas air KJA WGM 2016***

Parameter		Periode monitoring kualitas air (bulan)				
		1	2	3	4	5
TSS	mg/L	112	90	20	145	300
N-NO3	mg/L	0,25	0,05	0,2	0,17	0,17
P-PO4	mg/L	1,72	0,41	0,26	0,27	1,70
COD	mg/L	70	19,6	16,7	34,2	35,7
BOD	mg/L	29	1,2	3,9	3,8	3,8
DO	mg/L	5	6	5,2	5,4	0,74
Seng	mg/L	0,034	0,0034	0,0052	0,0783	0,0393
T. Coli	Jm/100	24000	1400	170000	54000	2300

Selanjutnya untuk memulai mengolah data tabel 2, anda perlu menyalin data tersebut pada program *excell*. Kemudian tentukan rata-rata, maksimum dan minimum tiap periode analisis parameter menggunakan program *excell*. Selanjutnya, bandingkan data rata-rata, minimum dan maksimum dengan baku mutu air pada kelas 2 (sesuai peruntukkan untuk budidaya ikan), kemudian tuliskan skornya. Untuk menentukan skor tiap parameter gunakan tabel 1. Anda perlu berhati-hati, perhatikan jumlah parameter yang diuji, pada contoh data tabel 2, terdapat 8 parameter. Jadi anda harus menggunakan kolom jumlah parameter < 10. Jangan lupa, bahwa kolom skor yang dipilih harus sesuai dengan kelompok/jenis parameternya. Misalnya, anda akan menentukan skor TSS, karena TSS merupakan parameter fisika, maka kolom skor yang harus anda gunakan adalah kolom skor fisika. Untuk parameter Total Coliform, gunakan kolom biologi. Setelah mendapatkan total skor, maka anda dapat membuat kesimpulan status mutu air tersebut. Dalam membuat kesimpulan, gunakan sistem US-EPA di atas. Data hasil penentuan skor dapat anda perhatikan pada tabel 3 berikut:

**Tabel 4. Hasil Perhitungan Skor dengan Metode Storet**

Parameter	BM	Pengukuran			Skor			Σ Skor
		Maks	Min	Rata	Maks	Min	Rata	
TSS	50	300	20	133,4	-1	0	-3	-4
N-NO3	0,5	0,25	0,05	0,168	0	0	0	0
P-PO4	0,2	1,72	0,26	0,872	-2	-2	-6	-10
COD	25	70	16,7	35,24	-2	0	-6	-8
BOD	3	29	1,2	8,34	-2	0	-6	-8
DO	4	7,2	5	5,76	0	0	0	0
Seng	0,05	0,08	0,003	0,032	-2	0	0	-2
T. Coli	5000	17.10 <sup>4</sup>	14.10 <sup>2</sup>	50340	-3	0	-9	-12
TOTAL SKOR								-44
Kesimpulan: Perairan KJA WGM mempunyai status mutu air buruk dan tercemar berat untuk peruntukkan kelas 2								

Untuk latihan, siapkan laptop anda dan buka program *excell*. Selanjutnya berlatihlah menggunakan data pada tabel 2. Tentukan status mutu airnya berdasarkan mutu air kelas 1 PP 82/2001 bagi anda dengan NIM genap. Untuk anda NIM ganjil silakan menggunakan kelas 3 PP 82/2001. Hasilnya menjadi bahan untuk diskusi.

## C. PENUTUP

### 1. Rangkuman

Menurut Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor: 115 Tahun 2003 tentang Pedoman Penentuan Status Mutu Air, metoda STORET merupakan salah satu metoda untuk menentukan status mutu air yang umum digunakan. Dengan metoda STORET ini dapat diketahui parameter-parameter yang telah memenuhi atau melampaui baku mutu air. Secara prinsip metoda STORET adalah membandingkan antara data kualitas air

dengan baku mutu air yang disesuaikan dengan peruntukannya guna menentukan status mutu air.

## 2. Evaluasi dan Kunci Jawaban

Sebagai seorang analis kimia anda mampu melakukan pengujian parameter air permukaan di laboratorium. Lokasi titik sampling adalah waduk Gajah Mungkur Wonogiri pada titik muara sungai Keduang. Air tersebut digunakan pengairan pertanian. Tetapkan status mutu air berdasarkan PP 82 Tahun 2001, dengan menggunakan uji Storet. **Kirimkan** segera **soft copy** perhitungan dengan *excell* maksimal H-1 pertemuan selanjutnya, ke alamat: [peni.usb@gmail.com](mailto:peni.usb@gmail.com), dengan nama file: **storet\_nama depan mhs**. Jangan lupa mengirim WA setelah email anda terkirim

***Tabel 5. Data Monitoring Perairan***

Parameter		Periode monitoring kualitas air (bulan)				
		1	2	3	4	5
TSS	mg/L	35	11	55	125	200
N-NO2	mg/L	0,07	0,05	0,1	0,08	0,01
N-NO3	mg/L	0,08	0,08	0,11	0,20	0,19
P-PO4	mg/L	0,86	0,17	0,38	0,90	0,17
COD	mg/L	30,5	29,6	26,7	34,8	38,6
BOD	mg/L	5,9	3,2	4,9	4,8	3,6
DO	mg/L	6,3	5,6	5,4	7,0	3,5
Cu	mg/L	0,007	0,006	0,007	0,001	0,001
Seng	mg/L	0,034	0,0034	0,0052	0,0783	0,0393
T. Coli	Jm/100	13.10°	14.10 <sup>2</sup>	17.10°	54000	2300
Fecal Coli	Jm/100	23.10°	49.10 <sup>3</sup>	27.10°	17.10°	15.10 <sup>3</sup>

## 3. Tindak Lanjut

Bila anda sudah dapat menerapkan baku mutu dan uji storet maka anda sudah mampu menentukan status mutu lingkungan. Anda dapat mempelajari bab selanjutnya.

## **BAB II**

# **MELAKUKAN ANALISIS PARAMETER FISIKA (pH, SUHU, WARNA & TSS), DAN PROSES NETRALISASI, KOAGULASI-FLOKULASI**

### **A. Pendahuluan**

#### **1. Deskripsi singkat cakupan materi**

Pada bab 2 ini, anda akan melakukan analisis parameter fisika yang terdapat dalam air dan air limbah. Parameter fisika yang akan anda pelajari meliputi parameter pH, suhu, warna dan TSS. Pada setiap parameter fisika ini, anda akan mempelajari teknik analisis di laboratorium, menggunakan metode terstandar seperti SNI. Hal ini dimaksudkan agar anda dapat menjadi analis kimia yang terampil dalam melakukan analisis laboratorium dengan metode-metode terstandar. Teknik analisis laboratorium yang akan anda pelajari meliputi prinsip, bahan dan alat yang digunakan, persiapan reagen, pengawetan sampel, prosedur analisis sampel, menghitung angka parameter dan menghitung % RPD. Untuk sampel yang akan saudara analisis adalah sampel air dan air limbah yang harus anda siapkan sendiri, dengan cara mengambil sampel di titik sampling yang ditentukan secara representatif. Pada bab ini anda juga akan mempelajari bagaimana cara menurunkan angka parameter fisika, misalnya dengan cara netralisasi, koagulasi-flokulasi dan adsorpsi dengan karbon aktif.

## 2. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mengikuti pembelajaran ini, anda akan terampil melakukan analisis parameter fisika meliputi pH, suhu, warna dan TSS dengan metode terstandar di laboratorium dan juga mampu melakukan pengolahannya air limbah dengan efektifitas  $\geq 80\%$ .

## B. Penyajian

### 1. Melakukan Analisis Derajat Keasaman (pH)

Pengukuran pH dapat dilakukan menggunakan kertas lakmus, kertas pH universal, larutan indikator universal (metode Colorimeter) dan pH meter (metode Elektroda Potensiometri). Pengukuran pH penting untuk mengetahui keadaan larutan, sehingga dapat diketahui kecenderungan reaksi



**Gambar 4. pH Meter**

kimia yang terjadi, serta pengendapan materi yang menyangkut reaksi asam basa. Anda akan mempelajari metode analisis derajat keasaman (pH) menggunakan pH meter ini, berdasarkan SNI 06-6989.11-2004. Prinsip analisis ini adalah Metode pengukuran pH berdasarkan pengukuran aktivitas ion hidrogen secara potensiometri atau elektrometri menggunakan pH meter (BSN, 2004) .

#### a. Persiapan Alat dan Bahan

##### 1) Alat yang digunakan dalam analisis pH

Alat yang harus anda siapkan meliputi: pH meter dengan perlengkapannya, pengaduk gelas atau magnetik, gelas piala, kertas tissue, timbangan analitik dan termometer.

## 2) Bahan yang harus disiapkan

### a) Bahan kimia

Bahan kimia yang harus anda siapkan sebelum melakukan analisis, antara lain: Larutan penyangga 4, 7, dan 10 yang siap pakai dan tersedia dipasaran. Bila tidak tersedia, maka anda harus menyiapkan larutan penyangga tersebut dengan cara sebagai berikut :

- Larutan penyangga pH 4,004 (25°C), dibuat dengan cara menimbang 10,12 g Kalium hidrogen ptalat  $\text{KHC}_5\text{H}_4\text{O}_4$ , kemudian larutkan dalam 1000 mL air suling.
- Larutan penyangga pH 6,863 (25°C), dapat anda buat dengan cara menimbang 3,387 g kalium dihidrogen fosfat,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  dan 3,533 g dinatrium hidrogen fosfat,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , kemudian larutkan dalam 1000 mL air suling.
- Larutan penyangga pH 10,014 (25°C), dapat anda buat dengan cara menimbang 2,092 g natrium hidrogen karbonat,  $\text{NaHCO}_3$  dan 2,640 natrium karbonat,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , kemudian larutkan dalam 1000 mL air suling

### b) Sampel Air dan Air Limbah

Anda perlu menyiapkan sendiri sampel air dan air limbah yang akan dianalisis. Anda perlu melakukan sampling air secara representatif sesuai prosedur dengan benar. Jangan lupa untuk melakukan pengawetan sampel bila tidak segera dilakukan analisis. Parameter pH dapat dianalisis di lokasi sampling. Namun apabila analisis akan dilakukan di laboratorium, maka saat membawa sampel dari lokasi sampling ke laboratorium, anda harus memasukkan botol yang berisi sampel air tersebut, ke dalam *box ice* suhu 4°C.

b. Persiapan Pengujian

Sebelum melakukan pengujian, anda harus melakukan kalibrasi alat pH-meter dengan larutan penyangga sesuai instruksi kerja alat setiap kali akan melakukan pengukuran. Untuk sampel yang mempunyai suhu tinggi, maka anda harus membuat kondisi sampel sampa suhu kamar.

c. Prosedur Analisis pH pada sampel

- 1) Keringkan elektroda dengan kertas tissue selanjutnya bilas elektroda dengan air suling.
- 2) Bilas elektroda dengan sampel uji.
- 3) Celupkan elektroda ke dalam sampel uji sampai pH meter menunjukkan pembacaan yang tetap.
- 4) Catat hasil pembacaan skala atau angka pada tampilan dari pH meter.

d. Jaminan Mutu dan Pengendalian Mutu

Sebagai analis anda harus menjamin mutu analisis dan melakukan pengendalian mutu selama analisis. Hal ini harus anda lakukan, agar hasil uji akurat dan dapat dipertanggungjawabkan. Kegiatan untuk jaminan mutu analisis sampel, yang harus anda lakukan meliputi:

- 1) Bahan kimia yang anda gunakan harus pro analisis (pa)
- 2) Alat gelas yang anda gunakan harus bebas kontaminan dan terkalibrasi
- 3) pH meter yang anda gunakan, pastikan sudah dikalibrasi
- 4) Analisis dilakukan oleh analis kompeten
- 5) Analisis dilakukan di lapangan (lokasi sampling) atau segera setelah sampel datang di laboratorium.

Sedangkan untuk pengendalian mutu yang harus anda lakukan sebagai analis adalah melakukan analisis duplo untuk

kontrol ketelitian analisis dan buatlah kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis dengan CRM.

e. Contoh analisis pH

Untuk memperdalam penguasaan analisis pH, anda dapat mendiskusikan pengolahan data pengukuran pH pada air limbah industri tahu berikut.

- 1) pH meter dikalibrasi dengan larutan buffer, diperoleh data sebagai berikut:

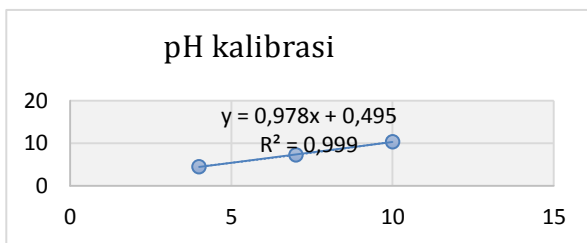
***Tabel 6. Contoh Data kalibrasi pH meter***

pH Larutan buffet	pH Kalibrasi
4	4,46
7	7,24
10	10,33

- 2) Membuat kurva kalibrasi.

Berdasarkan data kalibrasi pH meter pada tabel 5, dicari persamaan regresi linearnya menggunakan program *excell*. Diperoleh persamaan :

$$Y = 0,978 X + 0,495$$



***Gambar 5. Kurva Kalibrasi Ph***

- 3) Hasil analisis sampel di konversikan pada persamaan regresi linear kalibrasi, untuk mendapatkan pH sampel sebenarnya. Sebagai contoh analisis sampel air limbah bihun, sebagai berikut:



**Tabel 7. Contoh data analisis pH air limbah bahun**

Percobaan	pH sampel	pH sampel setelah Konversi
1	11,30	11,04
2	11,28	11,02

Bagaimana anda mendapatkan hasil konversi pada tabel tersebut? dapat kita perhatikan contoh perhitungan berikut:

$$Y = 0,978 X + 0,495$$

$$11,30 = 0,978 X + 0,495$$

$$X = 11,04$$

- 4) Setelah mendapatkan data pH konversi tersebut, selanjutnya anda perlu menghitung % RPD, untuk meminimalisir kesalahan analisis oleh analis.

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

$$\% RPD = \frac{11,04 - 11,02}{(11,04 + 11,02)/2} \times 100\%$$

$$\% RPD = 1,8\%$$

Bila % RPD pH < 10%, maka data duplo tersebut dapat di rata-rata. Akan tetapi apabila > 10% maka analis harus mengulangi analisis. Dari contoh perhitungan sampel air limbah bahun diperoleh %RPD 1,8%, maka data hasil analisis duplo dapat di rata-rata. Jadi nilai pH pada sampel air limbah bahun adalah:

$$pH = \frac{11,04 + 11,02}{2}$$

$$pH = 11,03$$

- 5) Simpulkan nilai pH dan bandingkan dengan baku mutu air limbah industri

Kesimpulan: Nilai pH sampel air limbah bahun sebesar 11,03, melebihi baku mutu Pergub Jateng nomor 5/2012 sebesar 6,0 – 9,0. Air limbah bahun sebelum dibuang ke badan air penerima, harus dilakukan pengolahan, misal dengan penambahan asam sampai pH sesuai baku mutu.

**Latihan:** Lakukan analisis pH terhadap sampel air sungai dan air limbah pertanian disekitar anda. Berapa-kah nilai pH, bandingkan dengan baku mutu air kelas 2 PP 82/2001. Laporan dibuat dalam bentuk *soft copy* dan dikirim *email* selambat-lambatnya H-2 praktikum dan kuliah berikutnya.

## 2. Melakukan Analisis Parameter Suhu

Industri dalam prosesnya sering menggunakan air sebagai pendingin. Air tersebut setelah digunakan akan mendapatkan panas dari bahan yang didinginkan, kemudian dibuang ke sungai atau sumber air lainnya. Air buangan tersebut mungkin mempunyai suhu lebih tinggi dari pada air di sungai. Akibatnya jumlah oksigen terlarut dalam air akan menurun, meningkatkan kecepatan reaksi kimia, mengganggu kehidupan ikan dan hewan air lainnya, jika batas suhu yang mematikan terlampaui maka ikan dan hewan lainnya, mungkin akan mati (Pujiastuti, Ismail, & Pranoto, 2011). Suhu air sebaiknya sejuk atau tidak panas, agar tidak terjadi pelarutan zat kimia pada saluran/pipa yang dapat membahayakan kesehatan, menghambat reaksi biokimia di dalam saluran/pipa, mikroorganisme patogen tidak mudah berkembang biak, dan bila diminum dapat menghilangkan dahaga.

Suhu suatu badan air dipengaruhi oleh musim, lintang, ketinggian permukaan laut, waktu, sirkulasi udara, penutupan awan, aliran, serta kedalaman. Perubahan suhu mempengaruhi proses fisika, kimia, dan biologi badan air. Suhu berperan dalam mengendalikan kondisi ekosistem perairan.

Peningkatan suhu menyebabkan terjadinya peningkatan dekomposisi bahan organik oleh mikroba. Kisaran suhu optimum bagi pertumbuhan fitoplankton di perairan adalah 20°C -30°C.

Di dalam SNI 06-6989.23:2005 dijelaskan bahwa menetapkan suhu air dan air limbah dengan termometer air raksa, mempunyai

prinsip bahwa air raksa dalam termometer akan memuai atau menyusut sesuai dengan panas air yang diperiksa, sehingga suhu air dapat dibaca pada skala termometer ( $^{\circ}\text{C}$ ).

Bila anda akan melakukan analisis suhu pada air dan air limbah sebaiknya dilakukan di lokasi sampling, saat anda melakukan sampling air dan air limbah. Anda dapat menggunakan salah satu metode terstandar seperti SNI 06-6989.23:2005, yang akan kita pelajari dalam buku ajar ini. Alat yang dipakai adalah termometer air raksa yang mempunyai skala sampai  $110^{\circ}\text{C}$ . Bahan yang dianalisis adalah air permukaan seperti air sungai, air waduk atau air sumur dan air limbah industri seperti industri tahu, laundry, kimia, dll. Bagaimana langkah-langkah analisisnya, anda ikuti cara kerja berikut ini (BSN, 2005) dengan menggunakan termometer air raksa, yang mempunyai skala sampai  $110^{\circ}\text{C}$ :

- a. Penetapan Suhu Sampel Air di Permukaan
  - 1) Celupkan termometer air raksa langsung ke dalam sampel air selama 2-5 menit sampai menunjukkan angka yang stabil.
  - 2) Baca dan catat pembacaan skala termometer tanpa mengangkat thermometer dari sampel air.
- b. Penetapan Suhu Sampel Air Pada Kedalaman Tertentu
  - 1) Pasanglah termometer air raksa pada alat pengambil sampel
  - 2) Masukkan alat pengambil sampel ke dalam air pada kedalaman tertentu untuk mengambil sampel air.
  - 3) Tariklah alat pengambil sampel ke permukaan
  - 4) Catatlah skala yang ditunjukkan termometer sebelum sampel air dikeluarkan dari alat pengambil sampel.

Sebagai analisis kimia, selama melakukan analisis anda harus memperhatikan jaminan mutu dan pengendalian mutu. Jaminan mutu yang harus anda lakukan antara lain:

menggunakan alat ukur yang terkalibrasi. Sedangkan pengendalian mutu yang harus anda perhatikan adalah melakukan kalibrasi termometer dengan termometer standar. Jadi sebelum melakukan analisis, anda harus melakukan kalibrasi terhadap termometer yang akan dipakai. Untuk akurasi analisis, anda disarankan untuk melakukan kontrol akurasi dengan membuat *control chard*.

Selama melakukan analisis suhu, maka anda sebagai analis harus melaporkan kegiatan yang sudah dilakukan. Pelaporan dapat anda catat pada buku kerja, meliputi:

- 1) Para yang dianalisis
- 2) Nama analis
- 3) Tanggal analisis
- 4) Nomor sampel
- 5) Ketidakpastian pengukuran
- 6) Suhu sampel yang dianalisis

### **3. Melakukan Analisis Warna Air dan Air Limbah**

Secara estetika, air minum sebaiknya tidak berwarna. Hal ini untuk mencegah keracunan dari berbagai zat kimia dan mikroorganisme yang berwarna. Baku mutu air minum, mensyaratkan warna air minum maksimum 15 TCU (Menkes RI, 2010). Warna pada air dapat disebabkan oleh partikel hasil pembusukan bahan organik, ion besi, ion mangan, plankton, humus, buangan industri dan tanaman air. Bila dalam air terdapat oksida besi 0,3 mg/L maka dapat menyebabkan air berwarna kemerahan, oksida mangan dengan konsentrasi 0,05 mg/L dapat menyebabkan air berwarna kecoklatan sampai kehitaman. Selain itu, bahan organik seperti lignin, tannin dan asam humus pada tanaman mati yang ada dalam air, akan mengalami dekomposisi sehingga dapat menyebabkan air berwarna kecoklatan.

Perlu anda kenali, bahwa ada dua (2) jenis warna yang berada dalam air, yaitu:

- a. *Apparent color* atau warna semu. Warna semu disebabkan oleh partikel yang menyebabkan kekeruhan (seperti tanah, lumpur, pasir, dll), partikel halus seperti logam berat Fe dan Mn, partikel mikroorganisme seperti (algae atau lumut), warna dari zat warna tekstil, pewarna makanan
- b. *True color* merupakan warna sejati yang berasal dari peruraian senyawa organis alami, seperti humus, tanin, lignin, asam organik dan lain-lain.

Warna air dapat diamati secara visual (langsung) ataupun diukur berdasarkan skala platinum kobalt yang dinyatakan dengan satuan PtCo, dengan cara membandingkan warna sampel air dengan warna standar.

Berdasarkan SNI 6989.80:2011, **prinsip** analisis warna adalah warna dari larutan sampel uji ditentukan secara spektrofotometri pada panjang gelombang 450 nm – 465 nm dengan menggunakan larutan standar Pt-Co. Pengukuran nilai warna sebenarnya (*true color*) berdasarkan hukum Beers(BSN, 2011).

Sebelum melakukan analisis, anda perlu mempersiapkan alat - alat yang akan digunakan.

- a. Alat yang digunakan
  - 1) Spektrofotometri Uv-Vis
  - 2) Kuvet dengan Panjang (*path length*) minimal 2,5 cm
  - 3) Alat-alat gelas, seperti labu ukur, pipet volume dan gelas piala
  - 4) Kertas saring dengan ukuran pori 0,45  $\mu\text{m}$
  - 5) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg

Selain mempersiapkan alat, anda juga harus mempersiapkan bahan yang dibutuhkan dalam analisis warna ini.

b. Bahan yang digunakan

- 1) Air bebas mineral
- 2) Kalium heksakloro platina ( $K_2PtCl_6$ ) pa
- 3) Kobal klorida ( $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ ) pa
- 4) Asam klorida (HCl) pa
- 5) Natrium hidroksida (NaOH) pa
- 6) Sampel: air permukaan dan air limbah (disediakan mahasiswa)

Setelah selesai mempersiapkan alat dan bahan, selanjutnya anda melakukan persiapan.

c. Persiapan Larutan induk Pt-Co dan larutan kerja Pt-Co.

1) Pembuatan Larutan Induk Pt-Co

Larutkan 1,246 g kalium heksakloro platinat,  $K_2PtCl_6$  dan 1,00 g kobal klorida  $CoCl_2 \cdot 6H_2O$  dengan 100 mL HCl pekat ke dalam labu ukur 1000,0 mL dan encerkan dengan air bebas mineral hingga 1000 mL. Larutan induk Pt-Co ini mempunyai nilai warna 500 unit Pt-Co.

2) Pembuatan larutan kerja

Buatlah deret larutan kerja dari larutan induk 500 Unit Pt-Co, dengan satu blanko, minimal tiga kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran. Ketika larutan tidak dipakai, sebaiknya lindungi larutan baku dari penguapan dan kontaminasi. Setelah dibuat, simpanlah larutan kerja dalam botol gelap, maksimal penyimpanan satu (1) bulan.

a) Persiapan Sampel

Langkah dalam persiapan sampel air dapat anda lakukan sebagai berikut (BSN, 2011):

- 1) Analisis sampel air dilakukan sebelum 24 jam, bila tidak sampel uji disimpan pada suhu  $4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama maksimal 48 jam.
- 2) Kondisikan sampel air sampai suhu kamar, cek dengan thermometer.
- 3) Atur pH sampel air hingga 7 dengan menambahkan HCl atau NaOH dan catat pengaturannya, jika nilai pH diluar kisaran 4 – 10.
- 4) Cuci kertas saring berpori  $0,45\text{ }\mu\text{m}$  dan penyaring dengan melewati sekurang-kurangnya 50 mL air bebas mineral.
- 5) Saring sampel air, buang 25 mL filtrat pertamanya, tampung kira-kira 50 mL filtrat selanjutnya.
- 6) Sampel air siap diukur tingkat warnanya

b) Pembuatan Kurva Kalibrasi

Selanjutnya anda dapat membuat kurva kalibrasi, dengan tahapan sebagai berikut(BSN, 2011):

- 1) Hidupkan alat dan optimalkan alat uji spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengujian warna.
- 2) Pilih panjang gelombang dengan serapan maksimum diantara 450 nm dan 465 nm.
- 3) Ukur serapan masing-masing larutan kerja yang telah dibuat, kemudian catat dan plotkan terhadap unit Pt-Co.
- 4) Buat kurva kalibrasi dari data pada butir c di atas dan tentukan persamaan garis lurusnya.

5) Jika hasil perhitungan diperoleh koefisien korelasi regresi linier ( $r$ )  $< 0,995$ , maka anda perlu memeriksa kondisi alat dan anda perlu mengulangi langkah pada butir a) sampai dengan c) hingga diperoleh nilai koefisien  $r \geq 0,995$ .

c) Pengukuran Sampel

Uji warna pada sampel air dapat anda lakukan dengan tahapan sebagai berikut(BSN, 2011)t:

- 1) Ukurlah absorban sampel pada panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan;
- 2) Hitunglah nilai unit warna dari kurva kalibrasi.

d) Perhitungan

Setelah mendapatkan data pemeriksaan sampel, maka anda dapat menghitung unit warna sampel tersebut dengan satuan Pt-Co, menggunakan rumus sebagai berikut(BSN, 2011):

$$\text{Warna, Unit Pt - Co} = C \times fp$$

Keterangan:

C : adalah nilai yang didapat dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam unit PT-Co

Fp: adalah factor pengenceran

e) Pengendalian Mutu

Sebagai analis anda wajib melakukan pengendalian mutu selama analisis, dengan memperhatikan hal-hal berikut ini:

- (1) Gunakan bahan kimia berkualitas murni (pa).
- (2) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
- (3) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- (4) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.



- (5) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- (6) Perhitungan koefisien korelasi ( $r$ )  $\geq$  dengan 0,995 dengan intersepsi  $\leq$  batas deteksi.
- (7) Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah sampel uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika perbedaan persen relatif (relative Percent Difference, RPD) sama dengan 15% maka dilakukan pengukuran ketiga.

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

Perhatikan contoh data hasil analisis warna pada sampel air, yang dilakukan di laboratorium Analisis Air dan Air Limbah Universitas SetiaBudi Surakarta.

#### 4. Melakukan Analisis Parameter TSS

Pada tahap ini anda akan belajar melakukan analisis zat padat tersuspensi air dan air limbah secara gravimetri, sesuai dengan SNI 06-6989.3-2004. Prinsip dasar analisis ini adalah sampel uji yang telah homogen disaring dengan kertas saring yang telah ditimbang. Residu yang tertahan pada saringan dikeringkan sampai mencapai berat konstan pada suhu 103°C sampai dengan 105°C. Kenaikan berat saringan mewakili padatan tersuspensi total (TSS). Jika padatan tersuspensi menghambat saringan dan memperlama penyaringan, diameter pori-pori saringan perlu diperbesar atau mengurangi volume sampel uji. Untuk memperoleh estimasi TSS, dihitung perbedaan antara padatan terlarut total dan padatan total (BSN, 2004).

Dalam air alam ditemui dua kelompok zat yaitu zat terlarut seperti garam dan molekul organik, dan zat padat tersuspensi dan koloidal seperti tanah liat, kwarts. Analisis zat padat dalam air sangat penting bagi penentuan komponen-komponen air secara

lengkap, juga untuk perencanaan serta pengawasan proses-proses pengolahan dalam bidang air minum maupun dalam bidang air buangan. Zat-zat padat yang berada dalam suspensi dapat dibedakan menurut ukurannya sebagai: partikel tersuspensi koloidal (partikel koloid) dan partikel tersuspensi biasa (partikel tersuspensi). Jenis partikel koloid tersebut adalah penyebab kekeruhan dalam air (efek Tyndall) yang disebabkan oleh penyimpanan sinar nyata yang menembus suspensi tersebut. Partikel koloid-koloid tidak terlihat secara visual sedangkan larutannya (tanpa partikel koloid) yang terdiri dari ion-ion dan molekul-molekul tidak pernah keruh. Larutan menjadi keruh bila terjadi pengendapan (presipitasi) yang merupakan keadaan kejenuhan dari suatu senyawa kimia. Partikel-partikel tersuspensi biasa, mempunyai ukuran lebih besar dari partikel koloid dan dapat menghalangi sinar yang akan menembus suspensi, sehingga suspensi tidak dapat dikatakan keruh, karena sebenarnya air di antara partikel-partikel tersuspensi tidak keruh dan sinar tidak menyimpang. Dalam metoda analisis zat padat, pengertian Padatan Tersuspensi Total (TSS) adalah residu dari padatan total yang tertahan oleh saringan dengan ukuran partikel maksimal  $2\mu\text{m}$  atau lebih besar dari ukuran partikel koloid.

Langkah awal untuk melakukan analisis TSS adalah mempersiapkan alat dan bahan.

- a. Alat yang digunakan dalam analisis TSS(BSN, 2004)
  - 1) Desikator yang berisi silika gel
  - 2) Oven, untuk pengoperasian pada suhu  $103^{\circ}\text{C}$  sampai dengan  $105^{\circ}\text{C}$
  - 3) Timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg
  - 4) Pengaduk magnetik
  - 5) Alat-alat gelas (pipet volum, gelas ukur, kaca arloji)
  - 6) Cawan porselin/cawan *Gooch*

- 7) Penjepit
- 8) Pompa vakum

b. Bahan

Bahan yang harus anda siapkan untuk analisis TSS adalah(BSN, 2004):

- 1) Kertas saring (*glass-fiber filter*), Whatman Grade 934 AH, dengan ukuran pori (*Particel retention*) 1,5  $\mu\text{m}$  (*Standar for TSS in water analysis*).
- 2) Air suling
- 3) Sampel yang akan dianalisis adalah air permukaan dan air limbah. Sampel ini harus anda siapkan sendiri dengan melakukan sampling secara representatif.

Setelah alat, bahan dan sampel analisis tersedia, maka anda perlu segera melakukan analisis sesuai prosedur.

c. Pengurangan Gangguan Analisis

Untuk mengurangi gangguan-gangguan yang bisa mempengaruhi analisis, maka anda dapat melakukan hal-hal berikut ini (BSN, 2004):

- 1) Pisahkan partikel besar yang mengapung.
- 2) Residu yang berlebihan dalam saringan dapat mengering membentuk kerak dan menjebak air, untuk itu batasi sampel uji agar tidak menghasilkan residu lebih dari 200 mg.
- 3) Untuk sampel uji yang mengandung padatan terlarut tinggi, bilas residu yang menempel dalam kertas saring untuk memastikan zat yang terlarut telah benar-benar dihilangkan.
- 4) Hindari melakukan penyaringan yang lebih lama, sebab untuk mencegah penyumbatan oleh zat koloidasi yang terperangkap pada saringan.

d. Persiapan Pengujian (BSN, 2004)

- 1) Letakkan kertas saring pada peralatan filtrasi. Pasang vakum dan wadah pencuci dengan air suling berlebih 20 mL. Lanjutkan penyedotan untuk menghilangkan semua sisa air, matikan vakum dan hentikan pencucian.
- 2) Pindahkan kertas saring dari peralatan filtrasi ke wadah timbang aluminium. Jika digunakan cawan Gooch dapat langsung dikeringkan.
- 3) Keringkan dalam oven pada suhu 103°C sampai dengan 105°C selama 1 jam, dinginkan dalam desikator kemudian ditimbang.
- 4) Ulangi langkah c sampai diperoleh berat konstan atau sampai perubahan berat lebih kecil dari 4% terhadap penimbangan sebelumnya atau lebih kecil dari 0,5 mg.

e. Prosedur Analisis

- 1) Lakukan penyaringan dengan peralatan vakum. Basahi saringan dengan sedikit air suling.
- 2) Aduk sampel uji dengan pengaduk magnetik untuk memperoleh sampel uji yang lebih homogen.
- 3) Pipet sampel uji dengan volume tertentu, pada waktu contoh diaduk dengan pengaduk magnetik.
- 4) Cuci kertas saring atau saringan dengan 3 x 10 mL air suling, biarkan kering sempurna dan lanjutkan penyaringan dengan vakum selama 3 menit agar diperoleh penyaringan sempurna. Sampel uji dengan padatan terlarut yang tinggi memerlukan pencucian tambahan.
- 5) Pindahkan kertas saring secara hati-hati dari peralatan penyaringan dan pindahkan ke wadah timbang aluminium sebagai penyangga. Jika digunakan zawan Gooch pindahkan cawan dari rangkaian alatnya.

- 6) Keringkan dalam oven setidaknya 1 jam pada suhu 103°C sampai dengan 105°C, dinginkan dalam desikator untuk menyeimbangkan suhu dan timbang.
- 7) Ulangi tahap pengeringan, pendinginan dalam desikator, dan lakukan penimbangan sampai diperoleh berat konstan atau sampai perubahan berat lebih kecil dari 4% terhadap penimbangan sebelumnya atau lebih kecil dari 0,5 mg.

Ada hal yang menjadi catatan dan harus anda perhatikan. Apabila sampel menghasilkan berat kering residu 2,5 – 200 mg, maka ukurlah volume sampelnya. Namun apabila volume sampel yang disaring tidak memenuhi hasil minimum, maka anda disarankan memperbesar volume sampel air sampai 1000 ml (BSN, 2004).

Setelah mendapatkan data penimbangan berat konstan, selanjutnya anda dapat menghitung TSS dengan menggunakan rumus berikut:

$$TSS \left( \frac{mg}{L} \right) = \frac{(A - B) \times 1000}{ml \text{ volume sampel}}$$

Keterangan:

A ; berat kertas saring + residu kering (mg)

B : berat kertas saring (mg)

Agar hasil analisis anda valid dan reliabel, maka anda harus memperhatikan dan melakukan jaminan mutu dan pengendalian mutu.

Untuk jaminan mutu, maka yang harus anda lakukan adalah: menggunakan alat gelas bebas kontaminan; menggunakan alat ukur yang terkalibrasi; Dikerjakan oleh analis yang kompeten; melakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu simpan maksimum 24 jam. Sedangkan

pengendalian mutu yang perlu anda lakukan adalah: melakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminan; melakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis. Perbedaan persen relatif (*Relative Percent Different* atau RPD) terhadap dua penentuan (replikasi) adalah di bawah 5%, dengan menggunakan persamaan berikut :

$$RPD = \frac{(X1-X2)}{(X1+X2)/2} \times 100\%$$

Keterangan:

X1: adalah kandungan padatan tersuspensi pada penentuan pertama.

X2: adalah kandungan padatan tersuspensi pada penentuan ke dua.

Bila nilai RPD lebih besar 5%, penelitian ini harus diulang.

Untuk memperdalam ketrampilan anda dalam melakukan analisis angka TSS, anda perhatikan contoh perhitungan hasil analisis terhadap 50 ml sampel air limbah tahu sebelum dilakukan pengolahan dan setelah dilakukan pengolahan dengan koagulasi, diperoleh data disajikan pada tabel 6.

**Tabel 8. Contoh Data Penimbangan Analisis TSS Air Limbah Tahu**

Sampel	KS	KS+R			Residu
	mg	P1	P2	P3	mg
A1	428,4	467,0	465,8	465,6	37,2
A2	423,4	463,4	460,2	460,0	36,6
B1	440,5	447,2	447,0	446,9	6,4
B2	428,6	436,9	435,7	435,5	6,9

Keterangan:

- ✓ Sampel A1& A2 adalah sampel air limbah tahu sebelum proses koagulasi, yang dikerjakan secara duplo.

- ✓ Sampel B1 & B2 adalah sampel air limbah tahu setelah proses koagulasi, yang dikerjakan secara duplo.
- ✓ KS: Kertas Saring kosong
- ✓ KS+R: Kertas Saring + Residu
- ✓ P: Penimbangan

Setelah mendapatkan data penimbangan residu, maka anda dapat menghitung angka TSS pada sampel. Marilah kita masukkan ke dalam rumus perhitungan, kira-kira berapa angka TSSnya.

1) Perhitungan angka TSS pada sampel A1 & A2

$$\text{TSS A1} = \frac{(465,6 - 428,4)}{50} \times 1000 = 744 \text{ mg/L}$$

$$\text{TSS A2} = \frac{(465,6 - 428,4)}{50} \times 1000 = 732 \text{ mg/L}$$

Selanjutnya, anda perlu menghitung % RPD terlebih dahulu, sebelum merata-rata angka TSS A1 dan A2 yang merupakan ulangan analisis dengan cara duplo tersebut. Perhatikan contoh perhitungan berikut:

$$\% \text{ RPD} = \frac{(744 - 732)}{(744 + 732)/2} \times 100\% = 1,63 \%$$

Karena diperoleh % RPD < 5%, maka data TSS sampel A1 dan A2 dapat dirata-rata untuk mendapatkan angka TSS sampel A.

$$\text{TSS sampel A} = \frac{744 + 732}{2} = 738 \text{ mg/L}$$

Jadi sampel limbah tahu sebelum mengalami perlakuan koagulasi mempunyai kandungan TSS sebesar 738 mg/L.

2) Perhitungan angka TSS pada sampel B1 & B2

$$\text{TSS B1} = \frac{(446,96 - 440,5)}{50} \times 1000 = 128 \text{ mg/L}$$

$$\text{TSS B2} = \frac{(435,5 - 428,6)}{50} \times 1000 = 138 \text{ mg/L}$$

Setelah berlatih menghitung angka TSS berdasarkan data di atas, cobalah anda lakukan perhitungan sampel 5B ini. Pertanyaannya adalah:

- a) Berapakah % RPD
- b) Apakah data TSS B1 dan B2 dapat dirata-rata ataukah analisis harus mengulang pengujiannya?
- c) Berapa angka TSS sampel B?
- d) Apakah angka TSS air limbah tahu tersebut memenuhi baku mutu sesuai Pergub Jateng no 5 tahun 2012?

## C. Penutup

### 1. Rangkuman

Untuk mengetahui kualitas air pada parameter fisika, maka perlu dilakukan analisis pH, suhu, warna dan TSS. Untuk menjaga validitas analisis maka anda perlu memperhatikan jaminan mutu dan pengendalian mutu.

### 2. Evaluasi & Kunci Jawaban

Apabila contoh air limbah industri alkohol (untuk NIM genap) atau industri bihun (NIM ganjil) dibawa ke sebuah laboratorium uji untuk dilakukan analisis TSS. Sebagai seorang analis saudara mampu melakukannya dengan baik. Diperoleh data dari 50 ml sampel bersifat sangat asam dengan pH 4,59 dan data analisis TSS sebagai berikut:

***Tabel 9. Data Penimbangan Sampel Air Limbah***

Ulangan Analisis	KS	KS+residu (mg)		
	mg	P1	P2	P3
1	426,2	447,4	444,5	444,4
2	425,8	446,6	446,5	446,5



**SOAL:**

Hitunglah angka TSS dari 50 ml sampel air limbah industri tiap data analisis sesuai tabel di atas. Kemudian hitunglah % RPD dari ke dua angka TSS yang sudah saudara peroleh. Selanjutnya berdasarkan % RPD anda dapat mengambil sikap, apakah akan mengulang analisis, ataukah akan merata-rata angka TSS dari analisis duplo, sehingga diperoleh angka TSS sampel air limbah. Terakhir, bandingkan angka TSS limbah (sesuai tugas) baku mutu air limbah (sesuai tugas).

Kunci Jawaban

Menghitung angka TSS:

$$\text{TSS 1} = \frac{(444,4 - 426,2)}{50} \times 1000 = 364 \text{ mg/L}$$

$$\text{TSS 2} = \frac{(446,5 - 425,8)}{50} \times 1000 = 406 \text{ mg/L}$$

Menghitung % RPD:

$$\% \text{ RPD} = \frac{(406 - 364)}{(406 + 364)/2} \times 100\% = 10,91 \%$$

Kesimpulan:

Karena % RPD > 5%, maka data TSS 1 dan TSS 2 tidak dapat dirata-rata, maka anda sebagai analis diminta untuk mengulangi pekerjaan analisis sampel.

**3. Tindak Lanjut**

Bila anda sudah dapat menganalisis parameter fisika: pH, suhu, warna dan TSS dengan benar, serta dapat menyimpulkan status mutu air limbah berdasarkan baku mutu, maka Anda dapat mempelajari bab selanjutnya.

# **BAB III**

## **MENGANALISIS OKSIGEN TERLARUT (DISOLVED OXYGEN/DO) AIR DAN AIR LIMBAH DENGAN PROSES AERASI**

### **A. Pendahuluan**

#### **1. Deskripsi singkat cakupan materi**

Bab ini akan membekali anda pengetahuan dan ketrampilan tentang teknik analisis oksigen terlarut (*Disolved Oxygen/DO*) yang terkandung di dalam air permukaan dan air tanah. Materi ini akan menekankan tahap-tahap yang harus anda lakukan dalam analisis DO pada sampel air sungai, air sumur, air waduk dan air limbah di laboratorium. Pada bab ini, juga akan anda pelajari proses aerasi, yang dapat meningkatkan kandungan DO dalam air. Sebagai analis anda juga harus dapat mengeliminir gangguan-gangguan yang mungkin dapat menghambat proses analisis.

#### **2. Kemampuan akhir yang diharapkan**

Setelah mengikuti pembelajaran ini mahasiswa D3 Analis Kimia dapat trampil mengukur DO air & air limbah sebelum dan sesudah proses aerasi secara tepat dengan metode terstandar

## B. Penyajian

### 1. Keberadaan Oksigen Terlarut (Disolved Oxygen/DO) dalam air

Oksigen terlarut atau *Disolved Oxygen* disingkat DO. DO merupakan parameter air yang mengukur jumlah oksigen di dalam air. DO adalah jumlah oksigen yang terlarut dalam air atau air limbah yang dinyatakan dengan mg O<sub>2</sub>/L (BSN, 2004). Di dalam air permukaan, keberadaan oksigen sangat penting untuk kelangsungan hidup biotaair. Berdasarkan PP 82 tahun 2001, baku mutu air kelas dua, yaitu air yang salah satu peruntukkannya untuk perikanan minimal mengandung DO 4 mg/L. Perairan WGM zona budidaya ikan pada titik sampling karamba jaring apung, mengandung DO sebesar 6,1 mg/L (Pujiastuti, Pranoto, & Ismail, 2013). Sampel air limbah pertanian di wilayah DAS Keduang mengandung DO sebesar 5,40-6,40 mg/L. Air Sungai Keduang mengandung DO sebesar 5,0-6,3 mg/L, sedangkan air sungai Keduang yang tercampur dengan limbah pertanian mengandung DO sebesar 5,2-6,4 mg/L (Pujiastuti, Putri, & Narimo, 2018). Penurunan DO dalam air sungai setelah bertemu dengan limbah pertanian ini, disebabkan adanya peran bakteri *Nitosomonas sp.* yang merubah polutan ammonia menjadi nitrit dan bakteri *Nitrobacter sp* yang merubah polutan nitrit menjadi nitrat. Kecukupan oksigen dalam air juga membantu mikroorganismenya dalam proses purifikasi limbah.

Secara alami sumber oksigen didalam air berasal dari penetrasi oksigen dari udara yang masuk ke dalam air. Disamping itu oksigen di dalam air juga berasal dari proses fotosintesis oleh tumbuh-tumbuhan air. Sedangkan secara buatan, dapat dilakukan melalui proses aerasi. Aerasi dapat meningkatkan kandungan oksigen terlarut dalam air.

Faktor apa saja yang mempengaruhi jumlah oksigen terlarut di dalam air, antara lain:

a. Temperatur lingkungan air

Kenaikan suhu lingkungan dapat menyebabkan penurunan oksigen terlarut dalam air. Suhu yang panas dapat menyebabkan penguapan air, sehingga oksigen dalam air berkurang.

b. Tekanan barometrik udara.

Kenaikan tekanan atmosfer dapat menyebabkan penurunan kandungan oksigen terlarut dalam air.

c. Kadar salinitas dalam air

Tingginya kandungan salinitas dalam air dapat menyebabkan penurunan kandungan oksigen terlarut.

d. Kadar polutan dalam air

Peningkatan kandungan polutan organik dalam air, dapat menurunkan kandungan oksigen terlarut dalam air tersebut. Sebab oksigen dibutuhkan oleh mikroorganisme dalam melakukan perombakan polutan organik menjadi senyawa-senyawa sederhana.

e. Jumlah mikroorganisme dalam air

Mikroorganisme membutuhkan oksigen untuk pertumbuhan dan perkembangannya dalam air. Mikroorganisme dapat berperan sebagai bioremediasi untuk mengurangi polutan dalam air. Sehingga semakin besar jumlah mikroorganisme dalam air dapat menurunkan kandungan oksigen terlarut.

## **2. Melakukan Analisis Oksigen Terlarut dalam Air dan Air Limbah**

Kandungan oksigen yang terlarut/DO dalam air dapat anda analisis di lokasi perairan dengan menggunakan DO meter, sehingga data DO dapat anda peroleh secara cepat. Apabila analisis akan anda lakukan di laboratorium, maka dapat

menggunakan metode titrasi Winkler (Alaerts & Santika, 1987) atau metode azida secara titrasi yodometri (BSN, 2004).

**a. Prinsip Analisis**

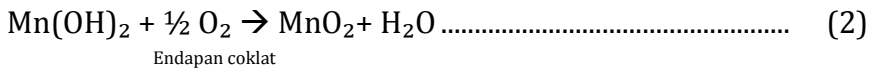
Prinsip analisis DO dengan metode titrasi winkler atau metode azida terhadap sampel air dan air limbah sebagai berikut (Alaerts & Santika, 1987) dan (BSN, 2004): dalam suasana basa oksigen terlarut akan bereaksi dengan ion mangan (II) dari  $MnSO_4$  yang ditambahkan menjadi mangan hidroksida (reaksi 1) dan selanjutnya membentuk endapan coklat  $MnO_2$  (reaksi 2).



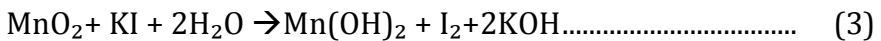
**Gambar 6. Warna biru iod-amylum**

Dengan penambahan  $H_2SO_4$  pekat dan Kalium Iodida maka akan dibebaskan iodin ( $I_2$ ) yang setara dengan oksigen terlarut (reaksi 3). Selanjutnya iodin yang terbentuk dititrasi secara iodometri dengan larutan standard Natrium tiosulfat dan dengan indicator amilum (reaksi 4).

Titrasi diakhiri bila warna biru dari Iod-amylum tepat hilang. Bagaimana reaksi yang terjadi pada tahap analisis DO ini, dapat anda simak pada penjelasan berikut ini (Alaerts & Santika, 1987).



pH rendah



## b. Mempersiapkan Alat dan Bahan Analisis

Sebelum melakukan analisis DO dalam air dan air limbah, anda harus mempersiapkan alat dan bahan yang diperlukan. Secara teliti persiapkan alat dan bahan di bawah ini.

1) Peralatan yang diperlukan dalam analisis DO, antara lain:

- a) Botol *Winkler* (volume 250 – 300 mL).

Botol ini dilengkapi dengan tutup asah dan volumenya telah diketahui dengan ketelitian  $\pm 0,1$  mL. Apabila tanpa tutup maka volume menjadi tidak tepat (Alaerts & Santika, 1987).



Sumber: google.com

**Gambar 7. Botol Winkler**

(1) Buret untuk titrasi tiosulfat

(2) Pipet volume 5 mL; 10 mL; 50 mL

(3) Pipet ukur 5 mL

(4) Erlenmeyer 125 mL atau 250 mL, untuk standardisasi larutan natrium tiosulfat

(5) Gelas piala 400 mL

(6) Labu takar 1000 mL.

2) Bahan yang dibutuhkan dalam analisis DO.

Ada beberapa reagen kimia yang dibutuhkan untuk analisis DO dalam air dan air limbah (Alaerts & Santika, 1987) dan (BSN, 2004). Sebagai analisis kimia, anda harus mampu mempersiapkan reagen tersebut sebelum pengujian dimulai.

- a) **Larutan Mangan Sulfat** ( $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ;  $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  atau  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )

Cara membuatnya dengan melarutkan 480 g  $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  atau 400 g  $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  atau 364 g  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  di dalam 1000 mL *aquadest* pada labu takar 1000 mL.

**b) Larutan alkali iodida azida:**

Untuk membuat larutan alkali iodida azida ini andaperlu melarutkan secara terpisah 1) 500 g atau 700 g KOH dan 135 g NaI atau 150 g KI dengan 100 mL *aquadest*. 2) Larutkan 10 g  $\text{NaN}_3$  (Natrium Azida) dalam 100 ml *aquadest*. Kemudian campurkan ke dua larutan tersebut dalam labu takar 1000 mL, tambahkan *aquadest* sampai tanda tera, kemudian dinginkan.

**c) Larutan kanji (amilum) 0,5%**

Bagaimana anda membuat larutan kanji/larutan amilum 0,5% ini. Anda dapat memulainya dengan menimbang 5 g amilum, larutkan dengan *aquadest* sampai 1000 mL dalam beker gelas. Kemudian panaskan selama 2 menit sehingga larutan kelihatan jernih opaleschen, dinginkan. Larutan ini dapat dipakai dalam waktu yang lama, tambahkan 1,52g asam salisilat, dapat mengawetkan kanji dan menghindari lumut. Namun apabila larutan menjadi keruh setelah beberapa minggu, maka anda harus membuangnya.

**d) Larutan Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) 0,025N**

Larutan Natrium tiosulfat 0,025 N dapat anda persiapkan dengan cara sebagai berikut: Timbang sebanyak 6,205 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  masukkan ke dalam labu takar 1 L, kemudian larutkan dengan sedikit *aquadest* yang telah dididihkan (bebas oksigen), selanjutnya anda tambahkan 1,5 mL NaOH 6 N atau 0,4 g NaOH (untuk mengawetkan), terakhir tambahkan *aquadest* sampai tanda tera.

Larutan Natrium tiosulfat ini harus anda standarisasi dengan larutan Kalium dikromat ( $K_2Cr_2O_7$ ) 0,025 N. Anda dapat membuat larutan Kalium dikromat dengan menimbang 1,2259 g  $K_2Cr_2O_7$  yang sudah dikeringkan di oven pada suhu  $150^{\circ}C$  selama 2 jam. Kemudian larutkan dengan *aquadest* pada labu takar 1 L.

Bagaimana anda dapat melakukan standarisasi larutan Natrium tiosulfat dengan larutan Kalium dikromat, ikuti langkah-langkah berikut (Alaerts & Santika, 1987): Pertama Pipetlah 20 mL larutan Kalium dikromat, masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL, tambahkan 100 mL *aquadest*. Kedua, tambahkan 2 g KI murni pa dan 10 mL asam sulfat 4N, kocok selanjutnya simpan dalam tempat gelap selama 5 menit. Ketiga, titrasilah dengan larutan Natrium tiosulfat 0,025 N, perhatikan warna kuning muda yang terbentuk, kemudian tambahkan 2 mL larutan amilum sehingga menjadi warna biru. Lanjutkan titrasi sampai warna biru tepat hilang. Ke empat, hitunglah normalitas Natrium tiosulfat, dengan rumus sebagai berikut:

$$N Na_2S_2O_3 = \frac{mL \text{ Kalium dikromat}}{ml \text{ Na tiosulfat}} \times 0,025$$

### c. Prosedur Kerja

#### 1) Persiapan Pengujian Sampel Air atau Air Limbah

Sampel air atau air limbah dapat anda ambil di lokasi pengambilan sampel secara representative dengan mengikuti prosedur yang benar. Selanjutnya untuk analisis DO anda dapat mengikuti prosedur berikut (BSN, 2004):

- a) Siapkan botol Winkler yang telah dibersihkan



- b) Masukkan sampel air ke dalam botol Winkler dengan hati-hati dan sampai meluap. Pastikan tidak ada gelembung udara dalam botol Winkler.
  - c) Sampel siap untuk segera dilakukan pengujian
- 2) Prosedur Analisis DO(BSN, 2004)
- a) Ambillah sampel air yang telah dipersiapkan dalam botol Winkler
  - b) Tambahkan 1 mL  $MnSO_4$  dan 1 mL alkali iodida azida dengan ujung pipet tepat di atas permukaan larutan
  - c) Botol segera ditutup dengan hati-hati untuk mencegah terperangkapnya udara dari luar. Homogenkan larutan, dengan membolak-balikkan botol beberapa kali secara perlahan.
  - d) Biarkan gumpalan mengendap selama 5-10 menit
  - e) Tambahkan 1 mL asam sulfat pekat, segera tutup botol, homogenkan dengan membolak-balikkan botol hingga endapan larut sempurna
  - f) Pipetlah 50 mL masukkan ke dalam Erlenmeyer 150 mL
  - g) Titrasilah dengan Natrium tiosulfat sampai warna kuning muda
  - h) Tambahkan indikator amilum maka akan terbentuk warna biru
  - i) Lanjutkan titrasi dengan Natrium tiosulfat sampai warna biru tepat hilang.

Perhitungan

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

Keterangan:

V : mL Natrium Tiosulfat

N : Normalitas Natrium Tiosulfat

F : Faktor, yang dihitung dengan cara membagi volume botol Winkler dengan hasil pengurangan Volume botol dengan volume pereaksi Mangan Sulfat dan alkali iodida azida.

1) Prosedur Analisis DO (Alaerts & Santika, 1987)

Terdapat prosedur analisis yang disampaikan oleh Alaerts & Santika (1987). Perbedaan prosedur ini dengan SNI adalah titrasi dengan natrium tiosulfat 0,026 N dilakukan terhadap Iodin yang terbentuk pada semua isi botol Winkler setelah ditambah dengan  $MnSO_4$  dan alkali iodida azida serta asam sulfat pekat. Untuk lebih jelasnya, marilah kita ikuti tahapan analisis DO dengan titrasi Winkler menurut Alaerts & Santika (1987).

- a) Pipet 2 ml larutan mangan sulfat, tambahkan ke dalam botol Winkler yang berisi sampel, tepat di bawah permukaan cairan.
- b) Tambahkan 2 ml larutan alkali-iodida-azida dengan pipet yang lain. Botol ditutup kembali dengan hati-hati untuk mencegah terperangkapnya udara dari luar, kemudian dikocok dengan membalikkan botol beberapa kali.
- c) Biarkan gumpalan mengendap selama 10 menit, sampai pengendapan sempurna.
- d) Keluarkan bagian larutan yang jernih dari botol dengan menggunakan pipet, sebanyak  $\pm 100$  mL dipindahkan ke dalam Erlenmeyer 500 ml.
- e) Pada sisa larutan yang mengendap dalam botol Winkler tambahkan 2 mL  $H_2SO_4$  pekat, alirkan melalui dinding bagian dalam dari leher botol, kemudian botol segera ditutup kembali.

- f) Goyangkan botol dengan hati-hati sehingga semua endapan melarut. Tuangkan seluruh isi botol secara kuantitatif ke dalam Erlenmeyer 500 ml tadi dibutir d), segera tutup dengan plastik hitam.
- g) Iodin yang dihasilkan kemudian dititrasi dengan larutan tiosulfat 0,025 N sehingga terjadi warna coklat muda.
- h) Buka plastik hitam, tambahkan indikator kanji 1-2 ml akan timbul warna biru. Lanjutkan titrasi dengan Natrium tiosulfat, sehingga warna biru tepat hilang pertama kali (setelah beberapa menit mungkin akan timbul kembali)
- i) Untuk menaikkan ketelitian analisa, diharap membuat duplikat setiap analisa.

Rumus perhitungan sebagai berikut:

$$DO = \frac{a \times N \times 8000}{V - 4}$$

Dengan keterangan:

DO : Oksigen terlarut (mg O<sub>2</sub>/L)

A : Volume titran Natrium tiosulfat (mL)

N : Normalitas larutan Natrium tiosulfat (ek/L)

V : Volume botol Winkler (mL)

4 : Jumlah volume larutan Mangan Sulfat dan larutan alkali iodide azida.

#### **d. Jaminan mutu dan pengendalian mutu**

Anda perlu memperhatikan jaminan mutu untuk mengurangi kesalahan-kesalahan selama analisis, sehingga hasil pengujian tidak bias. Jaminan mutu yang selayaknya dilakukan oleh analis adalah: 1) menggunakan bahan kimia berkualitas pro analisa (pa), 2) menggunakan alat gelas bebas

kontaminan, 3) menggunakan alat ukur yang terkalibrasi dan 4) dikerjakan oleh analis yang berkompeten. Untuk kontrol ketelitian analis, maka anda perlu melakukan pengendalian mutu, dengan cara melakukan analisis duplo, dengan *Relative Percent Different* (RPD) 10%.

#### e. Gangguan Proses Analisis

Dimungkinkan terdapat gangguan-gangguan yang dapat mengganggu jalan proses analisis yang anda lakukan. Zat pengoksidasi dan pereduksi yang terdapat dalam air dan air limbah mengganggu jalannya reaksi selama analisis. Zat yang mengoksidasi iodida, misalnya  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{OCl}^-$  dapat mengganggu reaksi 3. Sedangkan zat yang dapat mereduksi iodin seperti  $\text{S}^{-2}$ ,  $\text{SO}_4^{-2}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  dapat mengganggu reaksi 4 di atas (Alaerts & Santika, 1987).

Untuk menghindari gangguan-gangguan tersebut, maka disarankan anda melakukan analisis kualitatif terhadap anion, kation yang mungkin ada dalam sampel air dan dapat mengganggu jalannya analisis.

**Tugas:** Silakan anda membuka buku petunjuk praktikum anion dan kation, kemudian tuliskan prosedur analisis dan jangan lupa menuliskan reaksi kimia yang terjadi.

#### f. Contoh analisis DO di laboratorium

Untuk memperdalam kemampuan anda dalam analisis DO, mari kita diskusikan contoh kasus berikut:

Seorang analis kimia melakukan analisis DO terhadap sampel air sungai, menggunakan metode titrasi sesuai Alaerts & Santika (1987). Botol Winkler yang digunakan mempunyai volume 293 mL. Analis tersebut tidak lupa untuk melakukan standarisasi larutan tiosulfat. Setelah melakukan serangkaian prosedur analisis, maka diperoleh data sebagai berikut:

Data $KIO_3$	perhitungan $KIO_3$	:	0,0446 g
	Penimbangan $KIO_3$	:	0,0403 g
Data standardisasi	Volume $Na_2S_2O_3$	:	8,60 mL
Data DO	Volume $Na_2S_2O_3$ I	:	9,20 mL
	Volume $Na_2S_2O_3$ II	:	9,50 mL

Hitunglah angka DO pada sampel air sungai tersebut? Apakah angka DO tersebut memenuhi baku mutu air kelas 2 PP 82/2001?

**Penyelesaian soal:**

Dalam menyelesaikan soal tersebut, jangan lupa anda terlebih dahulu perlu menghitung konsentrasi Natrium tiosulfat yang akan digunakan untuk mentiter oksigen terlarut dalam sampel air.

$$\begin{aligned}
 \text{Koreksi kadar } K_2Cr_2O_7 &= \frac{\text{Berat penimbangan } KIO_3}{\text{Berat perhitungan } KIO_3} \times N \\
 &= \frac{0,0403}{0,0446} \times 0,025 \\
 &= 0,0226 \text{ N}
 \end{aligned}$$

Hasil perhitungan koreksi kadar Kalium dikromat, selanjutnya anda gunakan untuk menghitung kadar Natrium tiosulfat. Kadar  $Na_2S_2O_3$  dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$V \text{ tiosulfat} \times N \text{ tiosulfat} = V \text{ dikromat} \times N \text{ dikromat}$$

$$\text{Kadar } Na_2S_2O_3 = \frac{10 \times 0,0226}{8,60} = 0,0263$$

Jadi kadar Natrium tiosulfat yang akan digunakan untuk mentiter air adalah 0,0263 N.

Selanjutnya, anda dapat menghitung kadar DO, dengan rumus sebagai berikut:

$$DO = \frac{V_{\text{tiosulfat}} \times N_{\text{tiosulfat}} \times 8000}{V_{\text{Winkler}} - 4}$$

$$DO = \frac{9,20 \text{ mL} \times 0,0263 \times 8000}{293 - 4}$$

$$DO = 6,6979 \text{ mg/L O}_2$$

$$DO = 6,70 \text{ mg/L O}_2$$

Jangan lupa menghitung DO untuk ulangan analisis, agar anda dapat menghitung % RPD nantinya.

$$DO = \frac{V_{\text{tiosulfat}} \times N_{\text{tiosulfat}} \times 8000}{V_{\text{Winkler}} - 4}$$

$$DO = \frac{9,50 \text{ mL} \times 0,0263 \times 8000}{293 - 4}$$

$$DO = 6,9163 \text{ mg/L O}_2$$

$$DO = 6,92 \text{ mg/L O}_2$$

Setelah mendapatkan angka DO dari hasil perhitungan, maka selanjutnya anda harus menghitung % RPD.

$$RPD = \frac{(6,92 - 6,70)}{(6,92 + 6,70)/2} \times 100\%$$

$$RPD = \frac{0,22}{6,81} \times 100\%$$

$$RPD = 3,18\%$$

Karena % RPD yang diperoleh lebih kecil dari 10%, maka ke dua angka DO hasil perhitungan analisis duplo, dapat kita rata-rata. Jadi angka DO sampel air sungai adalah:

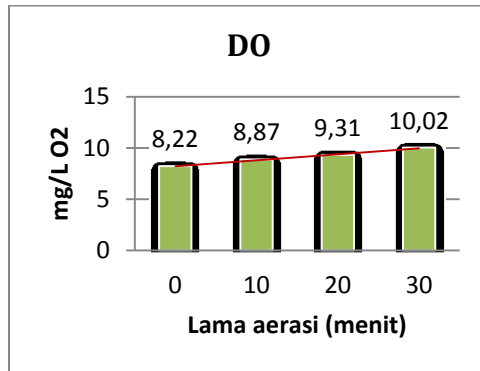
$$\begin{aligned} \text{Rata - rata DO} &= \frac{6,70 + 6,92}{2} \\ &= 6,81 \text{ mg/L O}_2 \end{aligned}$$

Jadi kesimpulannya sampel air sungai yang diuji memiliki angka DO sebesar 6,81 mg/L O<sub>2</sub>. Hal ini dapat diartikan bahwa setiap 1 L air sungai tersebut mengandung 6,81 Oksigen.

Jika dibandingkan dengan baku mutu air kelas 2 PP 82/2001 angka DO dalam air yang peruntukkannya untuk perikanan, air sungai tersebut masih memenuhi baku mutu minimal 4 mg/L O<sub>2</sub>.

### 3. Melakukan Proses Aerasi

Aerasi merupakan proses penambahan oksigen ke dalam air, yang dilakukan dengan menggunakan aerator. Proses ini dapat meningkatkan kandungan oksigen dalam air. Lama waktu aerasi dan kecepatan aliran berpengaruh terhadap peningkatan oksigen terlarut dalam air



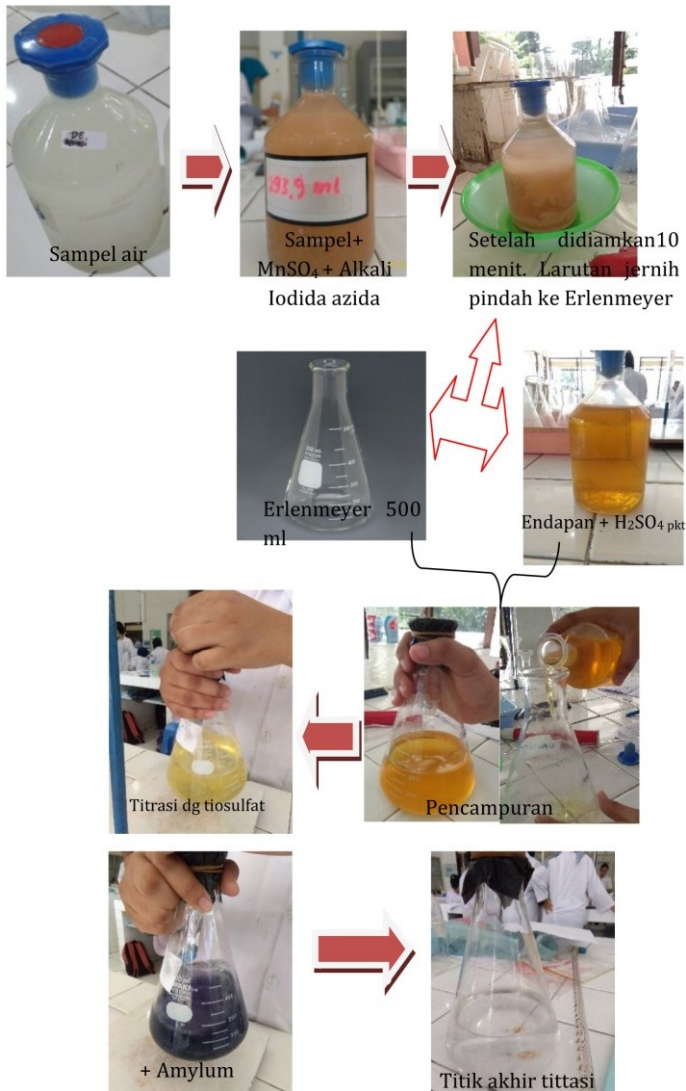
***Gambar 8. Peningkatan DO setelah aerasi***

## C. Penutup

### 1. Rangkuman

Angka DO menggambarkan kelarutan oksigen di dalam air. Analisis DO dapat anda lakukan dengan menggunakan metode titrasi Iodometri dengan botol Winkler. Terjadi perubahan warna selama reaksi dengan reagen yang diperlukan. Penambahan larutan MnSO<sub>4</sub>, alkali iodide azidaterbentuk endapan coklat MnO<sub>2</sub>. Setelah ditambah H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat, endapan coklat akan larut kembali

dan dibebaskan  $I_2$  yang ekuivalen dengan oksigen terlarut.  $I_2$  yang dibebaskan dititrasi dengan larutan standar  $Na_2S_2O_3$  dengan indikator larutan amilum. Titik akhir titrasi ditandai warna biru dari iod-amilum tepat hilang menjadi jernih. Proses analisis DO pada sampel air dapat diringkas dalam gambar flow di bawah ini, yang menunjukkan perubahan warna setiap penambahan reagen.



**Gambar 9. Flow Analisis DO Metode Titrimetri**



## 2. Evaluasi & Kunci Jawaban

Seorang analis kimia melakukan analisis DO terhadap air limbah tahu. Analisis dilakukan secara titrasi Iodometri menggunakan botol Winkler. Analisis dilakukan secara duplo. Data yang diperoleh ditampilkan di bawah ini.

Data $KIO_3$	perhitungan $KIO_3$	:	0,0446 g
	Penimbangan $KIO_3$	:	0,0450 g
Data standardisasi	Volume $Na_2S_2O_3$	:	9,40 mL
Data DO	Volume $Na_2S_2O_3$ I	:	2,30 mL
	Volume $Na_2S_2O_3$ II	:	2,50 mL
Data DO aerasi 10 menit	Volume $Na_2S_2O_3$ I	:	5,10 mL
	Volume $Na_2S_2O_3$ II	:	5,30 mL

Pertanyaan:

- Hitung % RPD
- Hitung DO sampel sebelum dan sesudah diaerasi.

## 3. Tindak Lanjut

Jika anda mampu melakukan analisis DO menggunakan metode titrasi Winkler dengan lancar dan dapat menghitung angka DO dengan tepat, berarti anda sudah mencapai kompetensi yang ditetapkan. Untuk itu anda dapat melanjutkan ke analisis BOD pada bab IV.

## **BAB IV**

# **MENGHITUNG *BIOLOGICAL OXYGEN DEMAND* (BOD) AIR DAN AIR LIMBAH**

### **A. Pendahuluan**

#### **1. Deskripsi singkat cakupan materi**

Bab ini akan membekali anda pengetahuan dan ketrampilan tentang analisis parameter biologi yaitu teknik analisis Kebutuhan oksigen biologi (*Biological Oxygen Demand/BOD*) yang terkandung di dalam air dan air limbah. Anda akan dibekali dengan dua macam metode analisis BOD, yaitu metode titrimetri dan metode spektrofotometri. Materi ini akan menekankan tahap-tahap yang harus anda lakukan dalam analisis BOD pada sampel air dan air limbah di laboratorium. Sebagai analisis anda juga harus dapat mengeliminir gangguan-gangguan yang mungkin dapat menghambat proses analisis. Materi ini juga mengajak anda untuk melakukan jaminan mutu dan pengendalian mutu dalam analisis.

#### **2. Kemampuan Akhir yang Diharapkan (KAD)**

Setelah mengikuti pembelajaran ini, anda akan mampu melakukan analisis angka BOD pada air dan air limbah, menggunakan metode terstandar secara benar.

## **B. Penyajian**

### **1. Dasar Teori Analisis BOD dalam Air**

Anda perlu mengenal istilah BOD. Dalam bahasa Indonesia dikenal dengan Kebutuhan Oksigen Biokimia yang disingkat KOB(BSN, 2009), sedangkan dalam bahasa Inggris dikenal dengan nama *Biological Oxygen Demand* disingkat BOD(Alaerts & Santika, 1987).KOB ataupun BOD adalah sama, namun di dalam beberapa baku mutu lingkungan, menggunakan istilah BOD. Seperti air limbah tahu, dalam baku mutu maksimal boleh Per gen yang diperlukan oleh organisme pada saat pemecahan bahan organik, pada kondisi aerobik. Parameter BOD, secara umum banyak dipakai untuk menentukan tingkat pencemaran air buangan. Penentuan BOD sangat penting untuk menelusuri aliran pencemaran dari tingkat hulu ke muara. Sesungguhnya penentuan BOD merupakan suatu prosedur bioassay yang menyangkut pengukuran banyaknya oksigen yang digunakan oleh organisme selama organisme tersebut menguraikan bahan organik yang ada dalam suatu perairan, pada kondisi yang hampir sama dengan kondisi yang ada di alam di dalam air.

BOD adalah jumlah milligram oksigen yang dibutuhkan oleh mikroba aerobik untuk menguraikan bahan organik karbon dalam 1 L air selama 5 hari pada suhu  $20^{\circ}\text{C} \pm 1$  hari (BSN, 2009).

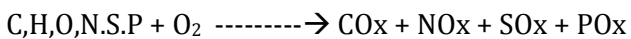
#### **a. Proses Degradasi Polutan Organik Biodegradable dalam Air**

Polutan organik yang dibuang ke badan penerima, seperti sungai bersumber dari kegiatan penduduk disekitarnya. Kegiatan penduduk tersebut menghasilkan air limbah yang mengandung bahan organik, seperti karbohidrat, protein, lemak. Kegiatan di dalam waduk seperti budidaya ikan dalam karamba jarring apung juga menghasilkan air limbah organik yang berasal dari sisa pakan ikan yang tidak termakan oleh ikan, sehingga mengendap di dasar danau. Kegiatan domestik

menghasilkan air limbah organik yang berasal dari kegiatan mandi, cuci dan kakus.

Polutan organik mengandung unsur penyusun C arbon (C), Hidrogen (H), Oksigen (O), Nitrogen (N), sulfur (S), dan Phosphor (P). Polutan organik dapat mengalami biodegradasi oleh mikroorganisme. Degradasi senyawa organik oleh mikroba secara aerobik akan menghasilkan senyawa yang lebih sederhana.

#### Mikroba



#### Zat Organik

Penguraian polutan organik di dalam air oleh mikroba merupakan proses alamiah, mikroorganisma dapat menghabiskan oksigen terlarut dalam air selama proses degradasi. Proses degradasi polutan organik oleh mikroba dimana oksigen masih ada di dalam air, maka prosesnya disebut proses aerobik. Hasil proses degradasi polutan organik secara aerobik oleh bakteri aerobik menghasilkan gas karbok dioksida (CO<sub>x</sub>), Nitrogen oksida (NO<sub>x</sub>), Sulfur oksida (SO<sub>x</sub>) dan Pospor oksida (PO<sub>x</sub>). Perlu anda ketahui, proses inilah yang digunakan sebagai dasar analisis BOD di dalam sampel air.

Mikroorganisme dalam proses degradasi polutan organik ini membutuhkan waktu tertentu dan suhu reaksi. Bila proses dilakukan selama 2 hari, mampu mendegradasi sebanyak 50%, sedangkan reaksi selama 5 hari sudah mampu mendegradasi polutan organik sebanyak 75% dan untuk mendegradasi seluruh polutan organik dalam sampel air, dibutuhkan waktu selama 20 hari. Berdasarkan hal ini, maka analisis BOD dapat digunakan sebagai pendekatan dalam memprediksi beban pencemaran oleh polutan organik di dalam air sungai, air waduk ataupun air limbah industri.

Reaksi biologis pada analisis BOD dilakukan pada suhu  $20^{\circ}\text{C}$ . Ini adalah suhu optimal bakteri untuk berkembang biak. Untuk itu dalam analisis BOD dilakukan pada inkubator pada suhu  $20^{\circ}\text{C}$ , selama 5 hari. Anda akan sering menjumpai penulisan  $\text{BOD}_5^{20}$ , apa ini artinya? angka 5 menunjukkan lama inkubasi dan angka 20 menunjukkan suhu inkubasi. Jadi  $\text{BOD}_5^{20}$  artinya sampel diinkubasi pada suhu  $20^{\circ}\text{C}$ , selama 5 hari.

b. Baku Mutu BOD Air dan Air Limbah

Hasil analisis BOD dalam sampel air ataupun air limbah, dibandingkan dengan baku mutu pencemaran air pada Peraturan Pemerintah nomor 82 tahun 2001, untuk mengetahui kondisi air sungai, air waduk ataupun air permukaan lainnya terhadap pencemaran oleh polutan organik. Selain itu, anda dapat juga membandingkan dengan baku mutu air limbah industri yang dikeluarkan oleh Pemerintah kota ataupun Pemerintah Propinsi dimana sampel air tersebut di sampling. Misalnya Peraturan Gubernur Jawa Tengah Nomor 12 tahun 2005 tentang Baku mutu air limbah industri.

**Tugas anda** adalah mencari lewat media online, peraturan tentang baku mutu air limbah industri, yang dikeluarkan Pemerintah dimana anda berasal. Simpanlah untuk digunakan dalam praktikum. Disamping itu pilihlah satu industri dalam Pergub tersebut, yang terdapat parameter BOD dalam persyaratan air limbah industri tersebut.

## 2. Melakukan Analisis BOD Air dan Air Limbah Secara Titimetri

Setelah anda mempelajari dasar analisis BOD, maka anda harus mempelajari bagaimana cara melakukan analisis BOD pada sampel air ataupun air limbah industri, menggunakan metode

titimetri. Untuk mendalami ketrampilan ini, kita akan menggunakan metode terstandar, yaitu SNI nomor 6989.72-2009.

### **a. Prinsip dan Tujuan Analisis**

Tujuan analisis BOD untuk menentukan jumlah oksigen terlarut yang dibutuhkan oleh mikroba aerobik untuk mengoksidasi bahan organik karbon dalam sampel uji air dan sampel uji air limbah industri. Dan juga membandingkan nilai BOD sampel dengan baku mutu air dan baku mutu air limbah industri yang dikeluarkan oleh Pemerintah Daerah setempat.

Prinsip analisis BOD adalah sejumlah sampel uji ditambahkan ke dalam larutan pengencer jenuh oksigen yang telah ditambahkan larutan nutrisi dan bibit mikroba, kemudian diinkubasi dalam ruang gelap pada suhu  $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  selama 5 hari. Nilai BOD dihitung berdasarkan selisih konsentrasi oksigen terlarut 0 (nol) hari dan 5 (lima) hari. Bahan kontrol standar dalam uji BOD ini, digunakan larutan glukosa-asam glutamat

### **b. Menyiapkan Alat dan Bahan**

Sebelum anda melakukan analisis BOD, maka terlebih dahulu anda harus mempersiapkan alat dan bahan yang digunakan dalam analisis. Alat yang digunakan antara lain:

- 1) Botol DO, yaitu botol Winkler dengan volume tertentu
- 2) Lemari inkubasi atau *water cooler*, suhu  $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ , gelap
- 3) Alat-alat gelas (labu ukur, gelas ukur, pipet volum)
- 4) pH meter
- 5) DO meter yang terkalibrasi
- 6) Shaker
- 7) Blender
- 8) Oven
- 9) Timbangan analitik

Sedangkan bahan-bahan yang harus anda siapkan meliputi:

1) Larutan Nutrisi

a) Larutan buffer phosphate

Terdapat dua cara dalam pembuatan larutan buffer phosphate ini. Anda dapat memilih salah satu, dengan pertimbangan ketersediaan

**Cara 1:** Larutkan 8,5 g kalium dihidrogen fosfat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), 21,75 g dikalium hidrogen fosfat ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ ), 33,4 g dinatrium hidrogen fosfat heptahidrat ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) dan 1,7 g ammonium klorida ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) dalam air bebas mineral, kemudian encerkan hingga 1 L. Larutan ini menghasilkan pH 7,2.

**Cara 2:** Larutkan 42,5 g kalium dihidrogen fosfat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), 1,7 g amonium klorida ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) dalam 700 ml air bebas mineral, atur pH larutan sampai 7,2 dengan penambahan larutan NaOH 30%, kemudian encerkan hingga 1 L.

b) Larutan Magnesium Sulfat

Larutkan 22,5 g  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dengan air bebas mineral, kemudian encerkan hingga 1 L

c) Larutan Kalium Klorida KCl

Larutkan 27,5 g  $\text{CaCl}_2$  anhidrat dengan air bebas mineral, kemudian encerkan hingga 1 L

d) Larutan Feri Klorida

Larutkan 0,25 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan air bebas mineral, kemudian encerkan hingga 1 L

## 2) Larutan Suspensi Bibit Mikroba

Anda dapat memperoleh sumber bibit mikroba dari limbah domestik atau dari efluen pengolahan limbah secara biologis, dengan catatan belum mengalami klorinasi dan penambahan desinfektan. Anda juga dapat memperoleh suspensi bibit mikroba dari air sungai yang menerima buangan limbah organik. Sebaiknya bibit mikroba anda peroleh dari pengolahan limbah secara biologis. Bagaimana cara pembuatan suspensi bibit mikroba? Anda dapat melakukannya dengan memilih salah satu dari tiga cara berikut (BSN, 2009):

### **Cara 1:**

- 1) Ambillah supernatan dari sumber bibit mikroba yang berasal dari limbah domestik atau efluen pengolahan limbah.
- 2) Segera lakukan aerasi terhadap supernatan tersebut, sampai akan digunakan

### **Cara 2:**

Cara ini dilakukan berdasarkan standar *OECD guideline for testing of chemicals, 301-1992 ready biodegradability*, dengan uraian sebagai berikut :

- 1) Ambillah air dari bak aerasi pada sistem pengolahan lumpur aktif.
- 2) Lakukan penyaringan untuk memisahkan partikel-partikel kasar dari air lumpur aktif.
- 3) Endapkan selama 30 menit suspensi lumpur aktif yang telah dipisahkan dari partikel kasar, atau disentrifugasi pada putaran 100 kali selama 10 menit.
- 4) Pisahkan endapan, kemudian masukkan endapan ke dalam medium mineral sampai kandungan padatan tersuspensi 3 - 5 g MLSS/L atau jumlah mikroba  $10^7$ - $10^8$  sel/L.



- 5) Menggunakan blender homogenkan padatan tersuspensi dengan kecepatan sedang selama 2 menit, kemudian diendapkan selama  $\pm 30$  menit.
- 6) Ambil supernatannya, dan anda gunakan sebagai bibit mikroba.
- 7) Sebelum digunakan, supernatan tersebut dikocok dengan menggunakan *sheker* selama 5 sampai dengan 7 hari pada suhu yang sama dengan suhu pengujian ( $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ )

**Catatan 1:**

Perhitungan mikroba dilakukan menurut Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21<sup>st</sup> Edition, 2005: Pour Plate Method (9215 B)

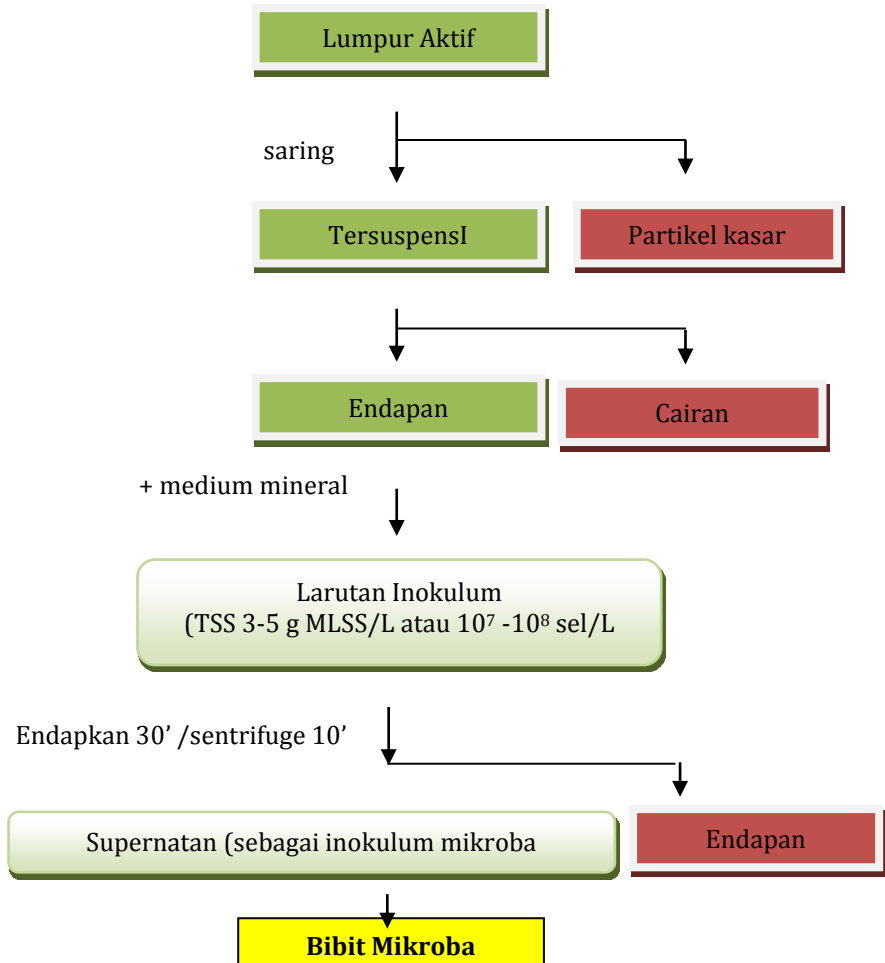
**Catatan 2:**

Analisis MLSS dilakukan menurut Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21<sup>st</sup> Edition, 2005: Fixed and Volatile Solids Ignited at  $550^{\circ}\text{C}$ (92540 E).

**Cara 3:**

Suspensi bibit mikroba dapat dibuat dari BOD *seed* yang tersedia secara komersial.

Persiapan bibit mikroba secara teknis dapat anda ikuti pada Gambar bagan alir berikut:



***Gambar 10. Flow diagram persiapan bibit mikroba***

- 3) Pembuatan Larutan Pengencer (BSN, 2009)
  - a) Siapkan air bebas mineral yang jenuh oksigen atau minimal 7,5 mg/L dalam botol gelas yang bersih, kemudian atur suhunya pada kisaran  $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ .
  - b) Tambahkan ke dalam setiap 1 L air bebas mineral jenuh oksigen tersebut masing-masing 1 mL larutan nutrisi

yang terdiri dari larutan bufer fosfat,  $MgSO_4$ ,  $CaCl_2$  dan  $FeCl_2$ .

- c) Tambahkan juga bibit mikroba ke dalam setiap 1 L air bebas mineral untuk :
- ✓ Cara 1: 1 – 3 mL (bibit mikroba cara 1), kemudian aduk sampai homogeny
  - ✓ Cara 2: 1 – 10 mL (bibit mikroba cara 2) kemudian aduk sampai homogen.

Terdapat catatan yang harus anda perhatikan, yaitu: **Catatan 1:** Penjenuhan oksigen dapat dilakukan dengan cara mengalirkan udara ke dalam air dengan menggunakan aerator yang dilengkapi dengan filter bebas organik. Apabila digunakan udara tekan, udara tersebut tidak boleh mengandung zat-zat lain, seperti minyak. Sedangkan **Catatan 2** adalah larutan air pengencer harus anda buat langsung saat akan digunakan

4) Larutan Glukosa-Asam Glutamat

Keringkan glukosa (pa) dan asam glutamat (pa) di dalam oven pada suhu  $103^{\circ}C$  selama 1 jam. Kemudian timbang sebanyak 150 mg glukosa dan 150 mg asam glutamat, selanjutnya larutkan dengan air bebas mineral hingga volume 1 L.

5) Larutan Asam dan Basa 1 N

a) Larutan  $H_2SO_4$  1N

Tambahkan 28 mL  $H_2SO_4$  pekat sedikit demi sedikit ke dalam  $\pm$  800 mL air bebas mineral sambil diaduk. Encerkan dengan air bebas mineral hingga 1 L

b) Larutan NaOH 1 N

Larutkan 40 g NaOH dalam air bebas mineral hingga 1 L.

6) Pembuatan Larutan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$

Larutkan 1,575 g  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dalam 1 L air bebas mineral. Larutan ini disiapkan segera saat akan digunakan.

7) Pembuatan Larutan Inhibitor nitrifikasi Allylthiourea (ATU)

Larutkan 2,0 g ATU ( $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{S}$ ) dalam 500 mL air bebas mineral, kemudian tambahkan air bebas mineral hingga 1 L. Simpan pada suhu  $4^\circ\text{C}$ . Larutan ini stabil maksimum 2 minggu.

8) Pembuatan Larutan Asam Asetat

Encerkan 250 mL asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) glasial yang memiliki massa jenis 1,049), dengan 250 mL air bebas mineral

9) Pembuatan Larutan KI 10%

Larutkan 10 g kalium iodida (KI) dengan air bebas mineral hingga 100 mL.

10) Pembuatan Larutan Indikator Amylum 2%

Masukkan 2 g kanji dan  $\pm 0,2$  g asam salisilat ke dalam 100 mL air bebas mineral panas kemudian aduk sambil dipanaskan hingga larut.

**c. Mempersiapkan sampel untuk analisis BOD**

Anda disarankan mempersiapkan sendiri air dan air limbah yang akan digunakan dalam analisis BOD ini. Agar anda dapat melakukan analisis dengan benar, sehingga diperoleh sampel yang representative, maka anda sebaiknya mengikuti prosedur dengan baik. Dalam pengambilan sampel, terdapat beberapa hal yang harus anda perhatikan, antara lain:

- 1) Wadah sampel, disarankan anda menggunakan botol kaca berwarna gelap. Lakukan sterilisasi sebelum digunakan untuk mengambil sampel air

- 2) Volume sampel, anda harus memperhatikan berapa kali ulangan analisis akan anda lakukan, misalnya duplo, berarti volume sampel pada tiap titik sampling diambil sebanyak dua kalinya.
- 3) Volume botol Winkler yang akan dipakai analisis. Botol Winkler memiliki volume tertentu.
- 4) Analisis BOD, berdasarkan DO awal dan DO 5 hari.

Sebagai contoh persiapan sampling, air sungai. Apabila botol Winkler yang akan dipakai dalam analisis mempunyai volume 298,5 mL Analisis BOD dilakukan secara duplo, maka volume sampel air sungai yang diambil dan di bawa ke laboratorium sekitar 1400 mL. Mengapa perlu sekitar 1400 mL sampel air? Karena saat memasukkan sampel ke dalam botol Winkler harus sampai penuh dan tumpah. Analisis DO nol hari dan DO 5 hari, ini berarti membutuhkan volume lebih banyak.

Jadi menurut anda sampel yang diambil sebanyak 1400 mL, apakah sudah mencukupi untuk analisis BOD yang dilakukan menggunakan metode titrimetri secara duplo.

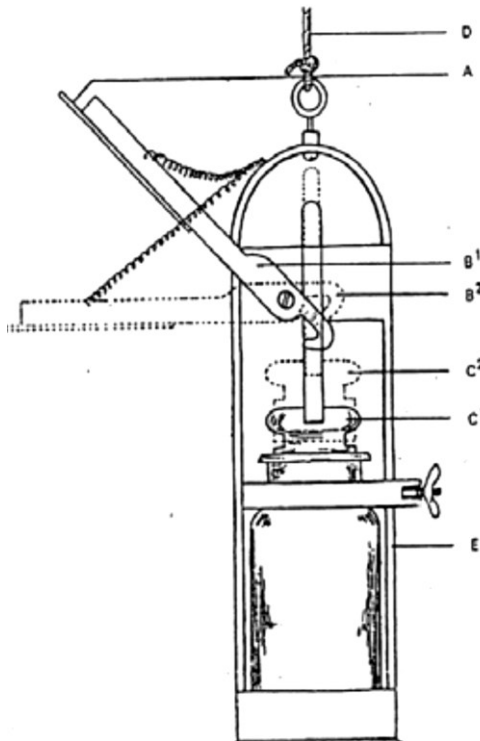
Sebelum melakukan pengambilan sampel, anda harus mempersiapkan wadah sampel terlebih dahulu, dengan cara mencuci botol dan tutupnya dengan deterjen bebas phospat, kemudian dibilas dengan air bersih. Selanjutnya botol dicuci dengan HCl 1:1 dan dibilas sebanyak 3 kali., kemudian tutup botol dengan air bebas analit sebanyak 3 kali, biarkan mengering, selanjutnya tutuplah botol yang rapat. Wadah sampel siap dibawa ke lapangan lokasi pengambilan sampel. Lalu bagaimana cara pengambilan sampel untuk analisis BOD? Terdapat 2 cara, yaitu cara umum dan cara khusus.

Cara umum pengambilan sampel untuk keperluan analisis BOD dengan metode titrasi, sebagai berikut(BSN, 2008):

- 1) Siapkan botol BOD (botol Winkler) yang telah dibersihkan.

- 2) Celupkan botol dengan hati-hati ke dalam air dengan posisi mulut botol searah dengan dengan aliran air, sehingga air masuk ke dalam botol dengan tenang.
- 3) Isilah botol sampai penuh dan hindari terjadinya turbulensi dan gelembung udara selama pengisian, selanjutnya tutuplah botol tersebut.
- 4) Masukkan botol yang telah terisi sampel air ke dalam cool box dengan suhu 4<sup>0</sup>C. kemudian di bawa ke laboratorium untuk dilakukan analisis.

Sedangkan cara khusus pengambilan sampel untuk keperluan analisis BOD, dilakukan dengan menggunakan alat khusus, seperti pada Gambar 10 berikut(BSN, 2008):



**Gambar 11. Alat khusus pengambil sampel air untuk analisis BOD**

Keterangan:

A : Pengait

B<sup>1</sup> : Tuas posisi tertutup

B<sup>2</sup> : Tuas posisi terbuka

C<sup>1</sup> : Tutup gelas botol sampel posisi tertutup

C<sup>2</sup> : Tutup gelas botol sampel posisi terbuka

D : Tali penggantung

E : Rangka metal botol sampel

Pengambilan sampel menggunakan alat khusus dilakukan dengan tahapan sebagai berikut(BSN, 2008):

- 1) Siapkan botol Winkler yang telah dibersihkan
- 2) Masukkan botol ke dalam alat khusus, seperti pada Gambar 10.
- 3) Ikuti prosedur pemakaian alat tersebut
- 4) Tutup segera setelah botol Winkler terisi penuh
- 5) Masukkan ke dalam cool box 4<sup>0</sup>C, kemudian bawalah ke laboratorium untuk segera dilakukan analisis BOD.

Perlu anda ketahui apabila analisis tidak dapat dilakukan segera setelah sampel sampai di laboratorium, maka perlu dilakukan penyimpanan di lemari pendingin suhu  $\leq 4^{\circ}\text{C}$ . Lama waktu dan suhu penyimpanan tergantung dari jenis sampel. Jika sampel merupakan sampel sesaat (*grab samples*), maka penyimpanannya seperti dijelaskan dalam tabel berikut (BSN, 2009):

**Tabel 10. Suhu Penyimpanan Sampel Uji BOD**

Lama penyimpanan sampel	Suhu penyimpanan sampel
< 2 jam	Tidak perlu disimpan di lemari pendingin
2 - 6 jam	$\leq 4^{\circ}\text{C}$

Lama penyimpanan sampel	Suhu penyimpanan sampel
6 - 24 jam	$\leq 4^{\circ}\text{C}$ dan catat lama waktu penyimpanan
> 24 jam	Sampel tidak mewakili uji BOD

Bagaimana menyimpan sampel gabungan (*composite samples*)? Selama pengumpulan dan penyimpanan sampel dilakukan pada suhu  $\leq 4^{\circ}\text{C}$ . Batas periode pengumpulan sampel maksimal 24 jam dari waktu pengambilan sampel terakhir. Bila melebihi 24 jam, maka sampel air sebaiknya tidak dianalisis, sebab sampel sudah tidak mewakili analisis BOD. Analisis semaksimal mungkin dilaksanakan setelah sampel sampai di laboratorium.

#### d. Melakukan Analisis BOD

Sebelum melakukan analisis BOD, anda perlu untuk melakukan persiapan pengujian, seperti pengaturan pH sampel, menghilangkan zat-zat pengganggu selama analisis, membuat larutan glukosa-asam glutamate dan melakukan pengenceran sampel.

##### 1) Mengatur pH sampel

- a) Lakukan pengkondisian sampel uji pada suhu  $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ .
- b) Ukurlah pH sampel menggunakan pH meter. Jika nilai pH tidak dalam kisaran 6,0 - 8,0 maka anda perlu mengatur pH pada kisaran tersebut dengan menambah asam ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) atau basa ( $\text{NaOH}$ ).

**Perlu anda pastikan**, bahwa penambahan asam atau basa ini tidak boleh mengakibatkan pengenceran sampel lebih dari 0,5%.

##### 2) Menghilangkan zat-zat pengganggu analisis

Sebelum melakukan analisis sampel, anda perlu untuk mendeteksi dan menghilangkan beberapa senyawa kimia



pengganggu analisis BOD, antara lain: residu klorin, hydrogen peroksida dan oksigen terlarut kelewat jenuh.

a) Residu Klorin

Lakukan identifikasi residu klorin dalam sampel anda. Ambillah sekitar 2 ml sampel air, tambahkan larutan  $\text{AgNO}_3$  2N, perhatikan terbentuknya endapan putih  $\text{AgCl}$ . Lanjutkan dengan test spesifik.

Apabila sampel positif mengandung residu klorin, maka langkah selanjutnya yang harus anda lakukan adalah menambahkan larutan natrium sulfit pada sampel air yang akan diuji nilai BOD. Jumlah volume natrium sulfit ditentukan dengan cara berikut (BSN, 2009):

- (1) Ambillah 100 mL sampel air, tambahkan 10 mL larutan KI 10%, 10 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (1:1), dan 2-3 tetes indikator amylum. Jika terjadi warna biru, titrasilah dengan larutan natrium sulfit sampai warna biru tepat hilang. Catat volume natrium sulfit (a mL)
- (2) Ambillah lagi 100 mL sampel air, tambahkan a mL larutan natrum sulfit, lalu dikocok, kemudian diamkan selama 10 menit. Selanjutnya tambahkan 10 mL larutan KI 10%, 10 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (1:1). Perhatikan terbentuknya warna biru pada campuran, lalu titrasilah dengan larutan natrium sulfit sampai warna biru tepat hilang. Catat volume natrium sulfit (b mL)
- (3) Ke dalam 100 mL sampel yang akan dianalisis BOD nya, tambahkan larutan natrium sulfit sebanyak a+b mL

b) Senyawa toksik logam berat

Senyawa toksik seperti logam berat  $\text{Cr}^{6+}$ , Hg, Pb, CN, dsb, dapat memperlambat pertumbuhan bakteri, bahkan jугan dapat mematikan bakteri (Alaerts & Santika, 1987). Keberadaan zat toksik ini akan mempengaruhi proses

biodegradasi polutan organik dalam sampel air oleh mikroorganisme, karena hanya sebagian mikroorganisme yang aktif. Untuk itu sebagai analisis, anda disarankan untuk melakukan uji kualitatif untuk memastikan adanya zat toksik dalam sampel air yang akan dianalisis. Bila sampel positif mengandung logam berat, maka sampel air perlu dilakukan pengenceran. Melalui pengenceran, konsentrasi logam berat menjadi lebih kecil, dibawah konsentrasi berbahaya. Perhatikan tabel 11 berikut (BSN, 2009):

***Tabel 11 Jumlah Sampel Uji***

Sumber Sampel Air	Jumlah sampel Air (%)	Faktor Pengenceran
Limbah industri yang pekat	0,01 - 1,0	10000 - 100
Limbah yang diendapkan	1,0 - 5,0	100 - 20
Effluen dari proses biologi	5,0 - 25	20 - 4
Air sungai	25 - 100	4 - 1

Selain logam berat, zat toksik lain yang dapat mengganggu analisis BOD adalah fenol, minyak lemak, dan lainnya. Zat ini memang kurang beracun, namun akan memperlambat proses analisis BOD diawal. Bila zat ini ada dalam sampel, maka dibutuhkan penyesuaian sebelum sampel dianalisis.

c) Hidrogen Peroksida  $H_2O_2$

Hidrogen peroksida merupakan oksidator yang dapat mengoksidasi polutan organik yang terdapat dalam sampel air. Hal ini akan menyebabkan hasil analisis BOD menjadi bias, karena sebagian polutan organik terdegradasi oleh oksidator tersebut, bukan oleh mikroorganisme. Untuk memastikan keberadaan hydrogen peroksida dalam

sampel air, anda perlu melakukan analisis kualitatif. Bila hasilnya positif, maka anda perlu menghilangkan oksidator tersebut dengan cara (BSN, 2009):

- (1) Tuanglah sampel air dalam wadah terbuka, Lakukan pengocokan, selama  $\geq 1-2$  jam.
  - (2) Ukur konsentrasi DO sampel air setelah pengocokkan.
  - (3) Selanjutnya biarkan tanpa pengocokan selama 30 menit, ukur DO.
  - (4) Bila dalam periode waktu 30 menit tanpa pengocokan tidak terjadi peningkatan angka DO, berarti hidrogen peroksida dalam sampel air sudah hilang.
- d) Sampel mengandung oksigen terlarut lewat jenuh  
Kelebihan oksigen terlarut dalam sampel air, dapat dihilangkan dengan pengocokan dalam wadah terbuka, pada suhu  $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ .
- 3) Larutan glukosa-asam glutamat
    - (1) Kondisikan larutan glukosa-asam glutamate pada suhu  $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ .
    - (2) Maukkan 20 mL larutan glukosa-asam glutamate ke dalam labu takar 1 L
    - (3) Encerkan dengan larutan air pengencer hingga 1L
    - (4) Aduk sampai homogen.
  - 4) Melakukan pengenceran sampel  
Apabila larutan sampel perlu diencerkan, maka ikuti langkah berikut:
    - (1) Kondisikan sampel air pada suhu  $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ .
    - (2) Hitunglah kebutuhan pengenceran sesuai tabel 11.
    - (3) Masukkan sampel ke dalam labu takar 1L, dengan volume sesuai hasil perhitungan pengenceran.

- (4) Tambahkan larutan pengencer pada labu takar hingga tanda tera.

Catatan yang perlu anda perhatikan dalam hal pengenceran ini, bahwa pengenceran sangat tergantung pada karakteristik sampel air. Pilihlah pengenceran yang diperkirakan dapat menghasilkan penurunan angka DO minimal 2,0 mg/L, dan sisa DO minimal 1,0 mg/L setelah inkubasi 5 hari (BSN, 2009).

- 5) Melakukan Pengujian Sampel

Setelah semua persiapan alat dan sampel selesai dikerjakan, maka langkah selanjutnya adalah melakukan pengujian angka BOD. Ikuti prosedur analisis BOD berikut ini (BSN, 2009)

- (1) Siapkan dua botol Winkler yang bersih untuk analisis DO. Tandai tiap botol dengan  $A_1$  untuk DO nol hari dan  $A_2$  untuk DO 5 hari
- (2) Masukkan sampel uji yang sudah dilakukan persiapan pengenceran (bila diperlukan), ke dalam masing-masing botol Winkler  $A_1$  dan  $A_2$ , sampai meluap, kemudian tutup dengan hati-hati untuk menghindari terbentuknya gelembung udara yang dapat mengganggu pengujian.
- (3) Lakukan pengocokan beberapa kali secara perlahan, kemudian tambahkan air bebas mineral pada sekitar mulut botol Winkler yang telah ditutup.
- (4) Masukkan botol Winkler  $A_2$  ke dalam BOD incubator dengan suhu  $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  selama 5 hari.
- (5) Lakukan pengukuran DO terhadap botol Winkler  $A_1$  dengan alat DO meter terkalibrasi atau dengan metode titrasi Iodometri (SNI 06-6989.14-2004 atau anda lihat di Bab III). Hasil pengukuran merupakan nilai DO nol

hari ( $A_1$ ). Perlu anda ingat, bahwa pengukuran DO nol hari paling lama 30 menit setelah pengenceran.

- (6) Lakukan pengukuran DO 5 hari, pada botol Winkler A2 yang telah diinkubasi selama 5 hari  $\pm$  6 jam. Hasil pengukuran merupakan nilai DO 5 hari ( $A_2$ ).
- (7) Ulangi prosedur 1-6 untuk penetapan blanko dengan menggunakan larutan pengencer tanpa sampel uji. Hasil pengukuran yang diperoleh merupakan nilai DO nol hari ( $B_1$ ) dan nilai DO 5 hari ( $B_2$ ).
- (8) Ulangi prosedur 1-6 untuk penetapan control standar, menggunakan larutan glukosa-asam glutamate. Hasil pengukuran yang diperoleh merupakan nilai DO nol hari ( $C_1$ ), dan nilai DO 5 hari ( $C_2$ ).
- (9) Lakukan kembali prosedur 1-6 pada beberapa pengenceran sampel uji.

Terdapat beberapa catatan yang harus anda perhatikan, seperti: 1) untuk mencegah terjadinya proses nitrifikasi, anda dapat menambahkan larutan inhibitor nitrifikasi 1mL per 1 L larutan pengencer. 2) DO air pengencer yang dikonsumsi mikroba selama 5 hari berkisar antara 0,6 – 1,0 mg/L. 3) Frekuensi pengerjaan untuk penetapan blanko dan kontrol standar dengan glukosa-asam glutamat dilakukan 5-10% per batch (satu seri pengukuran), atau minimal 1 kali untuk jumlah sampel kurang dari 20.

- 6) Rumus Perhitungan(BSN, 2009).

Setelah anda mendapatkan data analisis, selanjutnya dihitung menggunakan rumus berikut:

$$BOD_5 = \frac{(A_1 - A_2) - \left(\frac{B_1 - B_2}{VB}\right) Vc}{P}$$

Keterangan:

- $BOD_5$  : nilai  $BOD_5$  sampel uji (mg/L)  
 $A_1$  : kadar DO sampel uji nol hari sebelum inkubasi (mg/L)  
 $A_2$  : Kadar DO sampel uji setelah inkubasi 5 hari (mg/L)  
 $B_1$  : kadar DO blanko nol hari sebelum inkubasi (mg/L)  
 $B_2$  : Kadar DO blanko setelah inkubasi 5 hari (mg/L)  
 $V_B$  : Volume suspense mikroba (mL) dalam botol Winkler blanko  
 $V_C$  : Volume suspense mikroba dalam botol sampel uji (mL)  
 $P$  : Perbandingan volume sampel uji ( $V_1$ ) per volume total ( $V_2$ )

Bila sampel uji tidak ditambah bibit mikroba, maka  $V_B=0$ . Anda juga dapat menghitung angka BOD menggunakan rumus di bawah ini, jika tidak melakukan penambahan mikroba (Alaerts & Santika, 1987).

$$BOD_5^{20} = \frac{(A_1 - A_2) - (B_1 - B_2)(1 - P)}{P}$$

Keterangan:

- $BOD_5$  : nilai  $BOD_5$  sampel uji (mg/L)  
 $A_1$  : DO sampel uji nol hari (mg  $O_2$ /L)  
 $A_2$  : Kadar DO sampel uji setelah inkubasi 5 hari (mg/L)  
 $B_1$  : kadar DO blanko nol hari sebelum inkubasi (mg/L)  
 $B_2$  : Kadar DO blanko setelah inkubasi 5 hari (mg/L)

e. Pengendalian Mutudan Jaminan Mutu

Selama melakukan analisis, anda perlu melakukan pengendalian mutu, untuk mendapatkan hasil uji yang representatif. Pengendalian mutu yang harus anda patuhi meliputi:

- 1) Menggunakan bahan kimia yang pro analisis (pa)
- 2) Menggunakan alat gelas yang bebas kontaminan
- 3) Menggunakan alat ukur yang terkalibrasi atau terverifikasi
- 4) Dikerjakan oleh analis yang kompeten
- 5) Menggunakan air bebas mineral yang bebas kontaminan. Penurnan konsentrasi DO maksimum <0,4 mg/L selama 5 hari
- 6) Nilai BOD<sub>5</sub> larutan kontrol standar glukosa-asam glutamat berada pada kisaran 198±30,5 mg/L, dengan rumus perhitungan sebagai berikut:

Nilai BOD<sub>5</sub> kotrol standardihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$BOD_5 = \frac{(C_1 - C_2) - \left(\frac{B_1 - B_2}{V_B}\right) V_s}{P}$$

Keterangan:

- BOD<sub>5</sub> : Nilai BOD5 kontrol standar (2 ulangan) (mg/L)
- C<sub>1</sub> : kadar DO Glukosa-asam glutamate nol hari (mg/L)
- C<sub>2</sub> : kadar DO Glukosa-asam glutamate 5 hari (mg/L)
- B<sub>1</sub> : kadar DO blanko 0 hari (mg/L)
- B<sub>2</sub> : kadar DO blanko 5 hari (mg/L)
- V<sub>B</sub> : volume suspense mikroba dalam botol Winkler blanko
- V<sub>s</sub> : volume suspensi mikroba per botol DO (mL) dalam standar glukosa-glutamat
- P : Perbandingan volume sampel uji dengan larutan pengencer.

- 7) Perbedaan antara nilai replikasinya (RPD) tidak lebih dari 30%. Bila nilai RPD > 30% maka analisis harus mengulangi pengujian sampel. % RPD dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran}} \right| \times 100\%$$

### 3. Contoh Analisis Angka BOD<sub>5</sub> Pada Sampel Air dan Air Limbah

Perhatikan contoh pertama berikut: Seorang analis melakukan sampling secara representatif pada outlet industri alkohol. Volume sampel sebanyak 2,5 liter disimpan pada box ice dengan suhu  $\leq 4^{\circ}\text{C}$ . Setelah sampai di laboratorium, analis melakukan pengukuran suhu sebesar  $21^{\circ}\text{C}$  dan pH sebesar 6,67. Selanjutnya analis melakukan analisis sesuai prosedur SNI no. 6989.72:2009 menggunakan titrasi iodometri. Analisis tidak menggunakan bibit mikroba. Data yang diperoleh dan perhitungannya dapat anda cermati, sebagai berikut:

- a. Data standardisasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N dengan  $\text{KIO}_3$  0,1N

Analis membuat larutan standar primer  $\text{KIO}_3$  0,1 N sebanyak 50 ml. Dihitung berat  $\text{KIO}_3$  yang akan ditimbang.

$$\text{Berat } \text{KIO}_3 = \frac{50}{1000} \times 0,1 \times \frac{214}{6}$$

$$\text{Berat } \text{KIO}_3 = 0,1729 \text{ gram}$$

Selanjutnya melakukan penimbangan, diperoleh berat  $\text{KIO}_3 = 0,1729 \text{ gram}$ .

Berdasarkan data penimbangan ini, kemudian dihitung kadar larutan standar primer  $\text{KIO}_3$

$$\text{Kadar } \text{KIO}_3 = \frac{0,1729}{0,1783} \times 0,1\text{N} = \mathbf{0,0969 \text{ N}}$$

Standardisasi larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dengan  $\text{KIO}_3$  **0,0969 N**, diperoleh data:

$$\text{Volume titran 1 } (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,50 \text{ mL}$$



Volume titran 2 ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )= 9,50 mL

Volume titran 3 ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )= 9,60 mL

Volume rata-rata  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  = 9,53 mL

Selanjutnya dihitung konsentrasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , dengan rumus pengenceran berikut:

$$(V1 \times N1)\text{KI}03 = (V2 \times N2)\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

$$10 \times 0,0969 = 9,53 \times N_2$$

$$N_2 = 0,1017$$

Jadi konsentrasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  adalah 0,1017 N, selanjutnya untuk menghitung angka DO.

b. Data analisis DO

Sampel dilakukan pengenceran sebanyak 100 kali, dimasukkan ke dalam botol Winkler, kemudian dilakukan analisis DO nol hari, secara iodometri. Diperoleh volume  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  pada titrasi sampel DO nol hari sebesar 24,80 mL. Volume botol Winkler sebesar 295 mL. Maka besarnya angka DO dihitung dengan rumus:

$$DO \text{ nol hari} = \frac{a \times N \times 8000}{V - 4} \times P$$

$$DO \text{ nol hari} = \frac{24,8 \times 0,1017 \times 8000}{295 - 4} \times 100$$

$$DO \text{ nol hari} = 6.933,77 \text{ mgO}_2/\text{L}$$

Jadi DO sampel nol hari (A1) sebesar 6933,77 mg  $\text{O}_2$ /L.

c. Pengukuran DO blanko

Dilakukan analisis DO untuk *aquadest* sebagai blanko. DO nol hari dilakukan pada botol Winkler dengan volume 295 mL, dibutuhkan volume titran  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  19,40 mL. Jadi DO nol hari pada blanko sebesar:

$$DO \text{ nol hari} = \frac{a \times N \times 8000}{V - 4} \times P$$

$$DO \text{ nol hari blanko} = \frac{19,40 \times 0,1017 \times 8000}{295 - 4}$$

$$DO \text{ nol hari blanko} = 54,24 \text{ mgO}_2/\text{L}$$

- d. Pengukuran DO sampel dan DO blanko setelah inkubasi selama 5 hari. Digunakan metode iodometri, diperoleh volume  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  untuk titrasi sampel sebanyak 21,30 mL dan blanko sebanyak 8,70 mL. Berdasarkan data tersebut, kemudian dihitung DO 5 hari sampel dan blanko.

- ❖ DO sampel setelah inkubasi 5 hari ( $A_2$ ):

$$DO \text{ 5 hari sampel} = \frac{a \times N \times 8000}{V - 4} \times P$$

$$DO \text{ 5 hari sampel} = \frac{21,30 \times 0,1017 \times 8000}{295 - 4} \times 100$$

$$DO \text{ 5 hari sampel} = 5955,21 \text{ mg O}_2/\text{L}$$

$$DO A_2 = 5955,21 \text{ mg O}_2/\text{L}$$

- ❖ DO blanko setelah diinkubasi 5 hari:

$$DO \text{ 5 hari blanko} = \frac{a \times N \times 8000}{V - 4}$$

$$DO \text{ 5 hari blanko} = \frac{8,70 \times 0,1017 \times 8000}{295 - 4}$$

$$DO \text{ 5 hari blanko} = 24,3241 \text{ mg O}_2/\text{L}$$

- e. Menghitung  $\text{BOD}_5$  berdasarkan data analisis

Karena tidak menggunakan bibit mikroba, untuk menghitung angka BOD dapat digunakan rumus berikut (Alaerts & Santika, 1987):

$$\text{BOD}_5^{20} = \frac{(A_1 - A_2) - (B_1 - B_2)(1 - P)}{P}$$

$$BOD_5^{20} = \frac{(6933,77 - 5955,21) - (54,24 - 24,32)(1 - 100)}{100}$$

$$BOD_5^{20} = \frac{(978,56) - (29,92)(99)}{100}$$

$$BOD_5^{20} = \frac{948,64 \times 99}{100}$$

$$BOD_5^{20} = 939,15 \text{ mg O}_2/\text{L}$$

Melalui proses perhitungan yang sama dengan di atas, data ulangan analisis sebagai pelaksanaan analisis duplo, diperoleh angka BOD sebesar 899,12 mg O<sub>2</sub>/L.

Sebagai bentuk jaminan mutu analisis, maka dihitung %RPD dari data analisis secara duplo tersebut.

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran}} \right| \times 100\%$$

$$\%RPD = \left| \frac{939,15 - 899,12}{939,15 + 899,12} \right| \times 100\%$$

$$\%RPD = \left| \frac{40,03}{1838,27} \right| \times 100\%$$

$$\%RPD = 2,18\%$$

Karena hasil perhitungan %RPD < 30%, maka BOD sampel dan ulangan (replika) dapat dirata-rata.

Jadi angka BOD pada sampel air limbah industri alkohol sebesar:

$$BOD_5^{20} = \frac{BOD1 + BOD2}{2}$$

$$BOD_5^{20} = \frac{939,15 + 899,12}{2}$$

$$BOD_5^{20} = 919,14 \text{ mg O}_2/\text{L}$$

Selanjutnya bandingkan angka BOD air limbah industri alcohol ini dengan baku mutu air limbah industri, sesuai dengan Pergub nomor 5 tahun 2012. Simpulkan apakah air limbah tersebut masih memenuhi baku mutu.

#### 4. Pengecekan Ketelitian Pelaksanaan Analisis BOD

Analisis BOD tidak mudah dikerjakan, padahal analisis BOD penting dan bermanfaat dalam mendekati polutan organik yang biodegradable dalam air permukaan dan air limbah industri. Seringkali analis pemula atau mahasiswa kurang teliti dalam melakukan analisis BOD. Seorang analis, mahasiswa ataupun laboran perlu melakukan pengecekan cara kerjanya (Alaerts & Santika, 1987). Pengecekan dilakukan terhadap sampel buatan dengan konsentrasi BOD 825 mg O<sub>2</sub>/L. Hasil pengecekan harus dalam batas  $\pm 5\%$  dari angka standar pada sampel buatan tersebut. Bila tidak memenuhi, berarti cara kerja di laboratorium, persiapan benih kurang sempurna. Artinya Laboran, analis atau mahasiswa harus lebih banyak berlatih, untuk menyempurnakan cara kerja yang telah dilakukannya.

Cara kerja melakukan pengecekan dapat anda lakukan dengan tahapan sebagai berikut (Alaerts & Santika, 1987):

- a. Siapkan labu takar 1 L, masukkan *aquadest* 500 mL
- b. Tambahkan 750 gram glukosa monohidrat (BM 198)
- c. Tambahkan 750 gram asam L-glutamik garam-Na monohidrat (BM 187)
- d. Tambahkan 1,21 gram KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>
- e. Tambahkan 1,06 gram K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>
- f. Tambahkan 0,10 gram MgSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O
- g. Tambahkan 0,01 gram FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O
- h. Tambahkan 0,10 gram CaCl<sub>2</sub>
- i. Tambahkan larutan NaOH atau H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sampai pH 7,0 $\pm$ 0,1
- j. Tambahkan *aquadest* sampai volume 1 L.

- k. Tuanglah ke dalam dua botol Winkler (P1 & P2)
- l. Lakukan analisis pada botol Winkler P1, untuk mengetahui angka DO nol hari.
- m. Pada botol Winkler P2 tambahkan bibit mikroba, inhibitor nitrifikasi, kemudian masukkan ke dalam incubator 20°C selama 5 hari. Selanjutnya dilakukan analisis DO lima hari
- n. Hitunglah angka BOD<sub>5</sub>.

Sampel buatan tersebut bersifat tetap dan memiliki angka COD sebesar 1270 mg O<sub>2</sub>/L. dan angka BOD sebesar 0,65 x 1270 = 825 mg O<sub>2</sub>/L. Hasil pengecekan harus dalam batas ± 5% dari angka BOD sampel buatan.

## C. Penutup

### 1. Rangkuman

Angka BOD<sub>5</sub><sup>20</sup> adalah jumlah oksigen yang dibutuhkan oleh bakteri untuk menguraikan hampir semua polutan organik dalam air setelah inkubasi pada suhu 20°C, selama 5 hari. Analisis BOD<sub>5</sub> diperlukan untuk mengetahui beban pencemaran yang disebabkan oleh limbah dari kegiatan manusia, khususnya limbah organik biodegradable. Salah satu penetapan angka BOD dalam sampel air dan air limbah, dapat ditetapkan menggunakan metode titrimetri secara iosometri, dengan mengukur DO nol hari dan DO lima hari.

### 2. Evaluasi dan Kunci Jawaban

Untuk menilai tingkat penguasaan anda, maka cobalah untuk mengerjakan soal-soal di bawah ini.

- a. Buatlah diagram flow, urutan-urutan analisis BOD dari anda menerima sampel sampai mendapatkan angka BOD. Sertakan gambar-gambar proses analisis.
- b. Hitunglah angka BOD dan bandingkan dengan baku mutu Peraturan menteri Lingkungan Hidup nomor P.68/Menlhk/

Setjen/Kum.1/8/2016, tentang Baku Mutu Air Limbah Domestik

Sampel air limbah IPAL domestik Kedungtungkul dilakukan analisis terhadap parameter BOD. Analisis tidak melakukan pengenceran dan tidak menambahkan mikroba ke dalam sampel. Analisis BOD menggunakan metode titrasi iodometri dilakukan secara duplo. Data hasil analisis disajikan pada tabel berikut:

***Tabel 12. Data hasil Analisis Sampel Air Limbah Domestik Dari IPAL di Surakarta.***

NO	Data hasil uji laboratorium	
1	Data standardisasi	10 mL $\text{KIO}_3$ 0,0246 N dititrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , dibutuhkan volume: 1 : 10,10 mL 2 : 10,12 mL 3 : 10,10 mL
2	Data Analisis DO I	✓ <b>DO nol hari:</b> Volume botol Winkler: 293,9 mL Volume titran $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ : 11,70 mL ✓ <b>DO lima hari:</b> Volume botol Winkler: 295,67 mL Volume titran $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ : 7,40 mL
3	Data Analisis DO II	✓ <b>DO nol hari:</b> Volume botol Winkler: 293,9 mL Volume titran $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ : 10,30 mL ✓ <b>DO lima hari:</b> Volume botol Winkler: 295,67 mL Volume titran $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ : 8,40 mL

Jawaban anda diemail ke [peni.usb@gmail.com](mailto:peni.usb@gmail.com), maksimal 2 hari setelah kuliah bab 4 selesai. Kunci jawaban akan disampaikan setelah anda email jawaban.

### **3. Tindak Lanjut**

Apabila anda sudah mampu menghitung angka BOD dengan 100% benar, berarti anda telah mencapai KAD. Anda tidak akan mengalami kesulitan untuk mempelajari

## **BAB V.**

# **ANALISIS CHEMICAL OXYGEN DEMAND (COD) AIR DAN AIR LIMBAH INDUSTRI**

### **A. Pendahuluan**

#### **1. Deskripsi singkat cakupan materi**

Bab ini akan membekali anda pengetahuan dan keterampilan tentang analisis parameter kimia yaitu teknik analisis Kebutuhan oksigen kimia (*Chemical Oxygen Demand/COD*) yang terkandung di dalam air dan air limbah industri. Anda akan dibekali dengan dua macam metode analisis COD, yaitu metode titrimetri dan metode spektrofotometri. Materi ini akan menekankan tahap-tahap yang harus anda lakukan dalam analisis COD pada sampel air dan air limbah industri di laboratorium. Sebagai analis anda juga harus dapat mengeliminir gangguan-gangguan yang mungkin dapat menghambat proses analisis. Materi ini juga mengajak anda untuk melakukan jaminan mutu dan pengendalian mutu dalam analisis.

#### **2. Kemampuan Akhir yang Diharapkan (KAD)**

Setelah mengikuti pembelajaran ini, anda akan mampu melakukan analisis angka COD pada air dan air limbah industri, menggunakan metode terstandar secara benar.



## B. Panyajian

### 1. Dasar Teori Analisis COD Dalam Sampel Air dan Air Limbah Industri

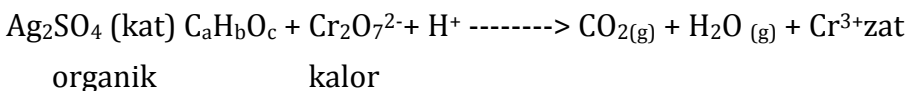
Chemical Oxygen Demand (COD) atau Kebutuhan Oksigen Kimia (KOK) adalah jumlah oksigen (mg O<sub>2</sub>) yang diperlukan untuk mengoksidasi zat-zat organis yang ada dalam 1 L sampel air atau air limbah industri melalui reaksi kimia. Bahan kimia yang digunakan adalah kalium dikromat K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> sebagai *oxidizing agent* yang digunakan sebagai sumber oksigen (Alaerts & Santika, 1987). COD adalah jumlah oksidan Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup> yang bereaksi dengan sampel uji dan dinyatakan sebagai mg O<sub>2</sub> untuk tiap 1000 mL sampel uji (BSN, 2009).

#### a. Proses Degradasi Polutan Organik Biodegradable dan Non Biodegradable Secara Kimia

Angka COD merupakan ukuran bagi pencemaran air oleh zat-zat organis yang bersifat *biodegradable* yang secara alamiah dapat dioksidasi melalui proses mikrobiologis dan juga zat organis *non biodegradable* yang tidak dapat didegradasi oleh mikroorganisme, sehingga dapat mengakibatkan berkurangnya oksigen terlarut di dalam air (Alaerts & Santika, 1987). Polutan organik dalam air dan air limbah industri akan dioksidasi oleh K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> dengan katalisator argentum sulfat (AgSO<sub>4</sub>) dan pemanasan, menjadi CO<sub>2</sub> gas, H<sub>2</sub>O gas dan Cr<sup>3+</sup>, dengan reaksi sebagai berikut (Wardana, 2001):



**Gambar 12. Warna Larutan Sebelum Reaksi Oksidasi**



Sebelum terjadi reaksi oksidasi, warna larutan sampel air yang mengandung polutan organik berwarna kuning. Setelah terjadi reaksi oksidasi selesai, maka warna campuran akan berubah menjadi hijau. Jumlah oksigen yang diperlukan untuk reaksi oksidasi terhadap polutan organik dalam sampel air setara dengan jumlah  $K_2Cr_2O_7$  yang dipakai (Wardana, 2001). Semakin banyak  $K_2Cr_2O_7$  yang dipakai, menunjukkan semakin banyak oksigen yang diperlukan, berarti sampel air tercemari banyak polutan organik. Hal ini menunjukkan bahwa analisis COD dapat digunakan sebagai pendekatan untuk mengukur tingkat pencemaran air oleh polutan organik atau besarnya polutan organik dalam air limbah industri.

Angka COD berbeda dengan analisis BOD, namun perbandingan antara angka COD dengan angka BOD dapat ditetapkan, secara lebih jelas disajikan pada tabel 13 berikut (Alaerts & Santika, 1987):

**Tabel 13. Perbandingan rata-rata angka BOD/COD untuk beberapa jenis air**

No	Jenis Sampel Air	BOD/COD
1	Air limbah domestik	0,40 – 0,60
2	Air limbah domestik setelah pengendapan primer	0,60
3	Air limbah domestik setelah pengolahan secara biologis	0,20
4	Air sungai	0,10

Perbandingan yang lebih rendah dari yang seharusnya, misalnya untuk air limbah domestik < 0,20, hal ini menunjukkan adanya zat-zat yang bersifat racun bagi mikroorganisme.

Tidak semua polutan organik dalam air limbah maupun air permukaan (misal air sungai) dapat dioksidasikan melalui analisis COD atau BOD. Berikut dijelaskan melalui tabel 13,

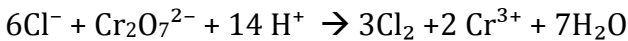
tentang jenis zat yang dapat atau tidak dapat dioksidasi melalui analisis COD ataupun BOD ((Alaerts & Santika, 1987):

**b. Faktor Penghambat Proses Degradasi Polutan oleh  $K_2Cr_2O_7$**

Dimungkinkan terdapat gangguan-gangguan selama proses analisis, yang dapat menghambat proses degradasi polutan organik. Agar proses analisis berjalan lancar dan hasil analisis tidak menjadi bias, maka zat-zat pengganggu harus anda hilangkan. Gangguan tersebut antara lain:

1) Keberadaan ion klorida ( $Cl^-$ )(Alaerts & Santika, 1987)

Apabila dalam sampel air atau air limbah mengandung klorida sampai sebesar 2000 mg/L, maka akan mengganggu proses bekerjanya katalisator  $Ag_2SO_4$ . Dalam keadaan tertentu dapat teroksidasi oleh  $K_2Cr_2O_7$ . Reaksinya dapat anda cermati berikut ini:



Anda dapat menghilangkan gangguan ion Klorida ini dengan menambah  $HgSO_4$  ke dalam sampel air sebelum penambahan reagen yang lainnya. Setelah penambahan merkuri sulfat, maka ion  $Hg^{2+}$  mengikat  $Cl^-$  membentuk  $HgCl_2$ , sehingga dapat mengurangi konsentrasi ion klorida dalam sampel air. Konsentrasi ion klorida yang sangat kecil tidak mengganggu proses oksidasi polutan organik oleh kalium dikromat.

2) Keberadaan ion nitrit ( $NO_2^-$ )

Nitrit ( $NO_2^-$ ) dalam air dapat segera teroksidasi membentuk nitrat ( $NO_3^-$ ). Konsentrasi 1 mg N- $NO_2 \approx 1,1$  mg COD. Apabila konsentrasi N- $NO_2$  dalam air lebih besar dari 2 mg/L, maka harus ditambahkan asam sulfamat sebesar 10 mg per mg N- $NO_2$ . Penambahan asam sulfamat dilakukan pada sampel air dan blanko.

### c. Kelebihan Analisis COD Dibanding Analisis BOD

Kedua analisis untuk pendekatan beban pencemaran dari polutan organik adalah analisis COD dan BOD. Namun terdapat kelebihan antara analisis COD jika dibandingkan dengan analisis BOD, antara lain dalam hal:

1) Waktu analisis cepat

Analisa COD hanya memakan waktu kurang lebih 3 jam, sedangkan analisa BOD memerlukan 5 hari.

2) Pengenceran sampel

Untuk menganalisa COD dengan konsentrasi antara 50 sampai 800 mg/L tidak dibutuhkan pengenceran sampel sedang pada umumnya analisa BOD selalu membutuhkan pengenceran.

3) Ketelitian dan ketepatan (*reproducibility*) tes COD adalah 2 sampai 3 kali lebih tinggi dari tes BOD.

4) Gangguan dari zat yang bersifat racun terhadap mikroorganisme pada tes BOD, tidak menjadi masalah pada analisis COD

Disamping beberapa kelebihan, analisis COD juga ada beberapa **kelemahan** jika anda bandingkan dengan analisis BOD, yaitu analisis COD tidak dapat membedakan antara zat-zat inert, yang sebenarnya tidak teroksidasi dan zat-zat yang teroksidasi secara biologis (Alaerts & Santika, 1987).

Perlu anda perhatikan, bahwa tidak semua polutan organik dalam air permukaan dan air limbah industri dapat dioksidasikan melalui analisis COD atau BOD. Jenis zat yang tidak atau dapat dioksidasi melalui analisis COD dan BOD disajikan pada tabel 14.

**Tabel 14. Jenis zat yang tidak atau dapat dioksidasi melalui analisis COD dan BOD**

Jenis polutan organik /an organik	Dioksidasi melalui analisis	
	COD	BOD
Polutan organik <i>biodegradabel</i> <sup>1)</sup> (protein, karbohidrat non selulosa, lemak, dll)	x	x
Selulosa, dll	x	-
N-organik yang <i>biodegradable</i> (protein, dll)	x	x
N-organik yang <i>nonbiodegradable</i> (NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , Fe <sup>2+</sup> , S <sup>2-</sup> , Mn <sup>3+</sup> )	x	-
NH <sub>4</sub> bebas (nitrifikasi)	-	x <sup>2)</sup>
Hidrokarbon aromatik dan rantai	x <sup>3)</sup>	-

Keterangan:

- 1) *Biodegradable*: dapat diuraikan oleh mikroorganisme
- 2) Mulai setelah 4 hari dan dapat dicegah dengan pembubuhan inhibitor
- 3) Dapat dioksidasi karena adanya katalisator Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

**d. Baku Mutu COD Pada Air dan Air Limbah**

Berdasarkan Peraturan Gubernur Jateng Nomor 5 tahun 2012, tentang Baku Mutu Air Limbah Industri, tercantum syarat maksimal air limbah yang dikeluarkan oleh sebuah industri. Setiap industri memiliki proses pengolahan yang berbeda, sehingga karakteristik air limbah yang berbeda. Sebagai gambaran angka COD beberapa industri, dapat anda lihat di tabel berikut:

***Tabel 15 Angka COD Air Limbah Industri***

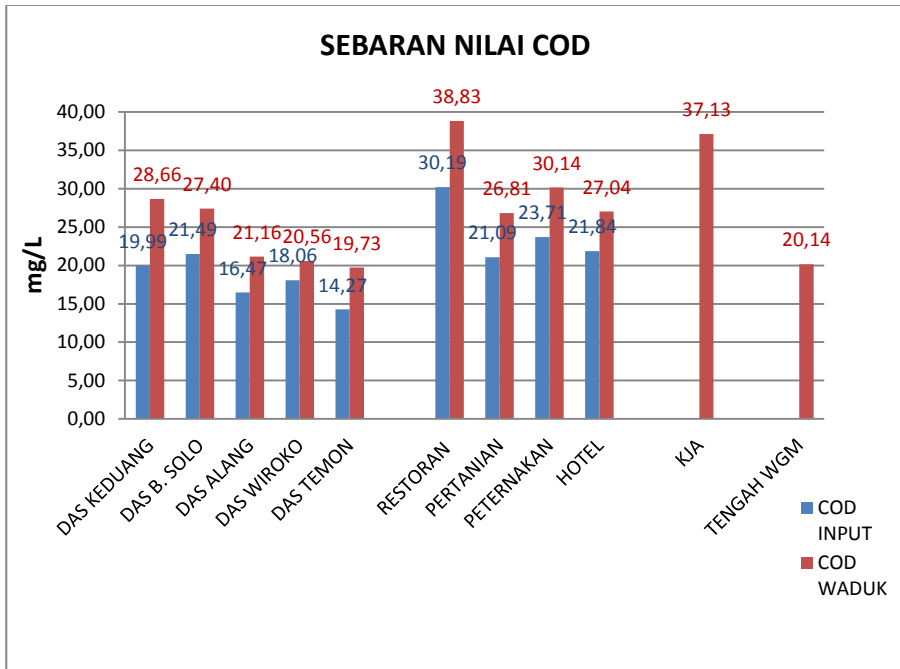
No	Industri	Kadar maksimum (mg/L)	Beban pencemaran maksimum (kg/ton)
1	Bihun	250	1,5
2	Bir & minuman beralkohol	100	60
3	Biskuit & Roti	175	1,05
4	Cat & Tinta	150	75
5	Ethanol	270	4,05
6	Farmasi	350	150
7	Asam glutamat	150	10,5 (MSG) & 2,8 (GA)
8	Jamu	250	1,25
9	Kecap	.....	.....
10	.....	.....	.....

**Tugas: Lengkapi isian tabel tersebut, sampai jumlah 15 industri**

Hasil analisis kualitas air perairan WGM pada penelitian Pujiastuti, P., (2010) menunjukkan bahwa nilai COD perairan berkisar antara 14,27–38,83 mg/l, dengan nilai rata-rata 26,48 mg/l. Gambar 4-2 memperlihatkan bahwa nilai COD perairan waduk lebih tinggi dari nilai COD sungai disekitarnya (DAS). Hal ini menunjukkan bahwa pada perairan waduk terjadi penumpukan bahan organik yang berasal dari kegiatan di badan perairandanau (KJA). Nilai COD yang tinggi ditemukan pada perairan sekitar DAS Keduang, DAS Bengawan Solo, Restoran dan kegiatan KJA, Peternakan. Sebaran nilai COD pada daerah penelitian disajikan pada gambar berikut

Berdasarkan baku mutu air kelas II dipersyaratkan angka COD maksimal 25 mg/L dan kelas III maksimal 50 mg/L. Berdasarkan hasil penelitian pada semua titik sampling perairan dalam WGM melebihi baku mutu kecuali titik

sampling tengah WGM. Sedangkan angka COD pada air sungai semua DAS, air buangan kegiatan penduduk kecuali air buangan restoran, masih dibawah baku mutu air kelas dua. Jadi perairan WGM telah mengalami pencemaran oleh bahan organik sulit terurai.



**Gambar 13. Sebaran Angka COD Perairan WGM Wonogiri**

## 2. Analisis COD metode Spektrofotometri

### a. Prinsip Analisis

Senyawa organik dan anorganik, terutama organik, dalam sampel uji dioksidasi oleh  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  dalam refluks tertutup menghasilkan  $\text{Cr}^{3+}$ . Jumlah oksidan yang dibutuhkan dinyatakan dalam ekuivalen oksigen ( $\text{O}_2$ ) diukur secara spektrofotometri sinar tampak.  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  kuat mengabsorpsi pada panjang gelombang 420 nm dan  $\text{Cr}^{3+}$  kuat mengabsorpsi pada panjang gelombang 600 nm.

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

### **b. Persiapan Alat dan Bahan Analisis COD Air dan Air Limbah**

Alat yang perlu anda siapkan meliputi

- 1) Spektrofotometer sinar tampak (400 nm sampai dengan 700 nm)
- 2) Kuvet
- 3) Digestion vessel, lebih baik gunakan kultur tabung borosilikat dengan ukuran 16 mm x100 mm; 20 mm x 150 mm atau 25 mm x 150 mm bertutup ulir. Atau alternatif lain, gunakan ampul borosilikat dengan kapasitas 10 mL (diameter 19 mm sampai dengan 20 mm)
- 4) Pemanas dengan lubang-lubang penyangga tabung (*heating block*)

CATATAN: Jangan menggunakan oven.

- 5) Buret
- 6) Alat-alat gelas (Labu ukur, pipet volum, gelas piala)
- 7) Magnetic stirrer
- 8) Timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg

Sedangkan bahan yang juga harus anda persiapkan sebelum melakukan prosedur analisis, meliputi:

- 1) Air bebas organik
- 2) *Digestion solution* pada kisaran konsentrasi tinggi



Tambahkan 10,216 g  $K_2Cr_2O_7$  yang telah dikeringkan pada suhu  $150^\circ C$  selama 2 jam ke dalam 500 ml air suling. Tambahkan 167 mL  $H_2SO_4$  pekat dan 33,3 g  $HgSO_4$ . Larutkan dan dinginkan pada suhu ruang dan encerkan sampai 1000 mL.

3) *Digestion solution* pada kisaran konsentrasi rendah

Tambahkan 1,022 g  $K_2Cr_2O_7$  yang telah dikeringkan pada suhu  $150^\circ C$  selama 2 jam ke dalam 500 ml air suling. Tambahkan 167 mL  $H_2SO_4$  pekat dan 33,3 g  $HgSO_4$ . Larutkan dan dinginkan pada suhu ruang dan encerkan sampai 1000 mL.

4) Larutan pereaksi asam sulfat

Larutkan 10,12 g serbuk atau kristal  $Ag_2SO_4$  ke dalam 1000 mL  $H_2SO_4$  pekat. Aduk hingga larut.

**CATATAN:** Proses pelarutan  $Ag_2SO_4$  dalam asam sulfat dibutuhkan waktu pengadukan selama 2 (dua) hari, sehingga digunakan *magnetic stirrer* untuk mempercepat melarutnya pereaksi.

5) Asam sulfamat ( $NH_2SO_3H$ )

Digunakan jika ada gangguan nitrit. Tambahkan 10 mg asam sulfamat untuk setiap  $mgNO_2-N$  yang ada dalam sampel uji.

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

Gerus perlahan KHP, lalu keringkan sampai berat konstan pada suhu  $110^\circ C$ . 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 1** Larutan baku Kalium Hidrogen Ftalat digunakan sebagai pengendalian mutu kinerjapengukuran.

**CATATAN 2** Bila nilai COD sampel uji lebih besar dari 500 mg/L, maka dibuat larutan baku KHP yang mempunyai nilai COD 1000 mg O<sub>2</sub>/L.

**CATATAN 3** Larutan baku KHP dapat menggunakan larutan siap pakai.

**c. Prosedur Analisis COD Pada Sampel Air dan Air Limbah Industri**

1) Persiapan Sampel

Lakukan homogenisasi sampel uji. Bila sampel uji mengandung padatan tersuspensi, dihaluskan dengan blender. Cuci digestion vessel dan tutupnya dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 20% sebelum digunakan.

2) Pengawetan sampel uji

Bila sampel uji tidak dapat segera anda lakukan analisis, maka sampel uji harus andaawetkan dengan menambahkan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat sampai pH lebih kecil dari 2, kemudian simpanlah dalam pendingin pada temperatur 4°C±2°C dengan waktu simpan maksimum yang direkomendasikan 7 hari. Apabila sampai hari ke 7 anda belum melakukan analisis, maka sampel sudah tidak layak untuk dianalisis, sehingga perlu sampling ulang.

3) Pembuatan larutan kerja

Buat deret larutan kerja dari larutan induk KHP dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 kadar yang berbeda secara proporsional yang berada pada rentang pengukuran.

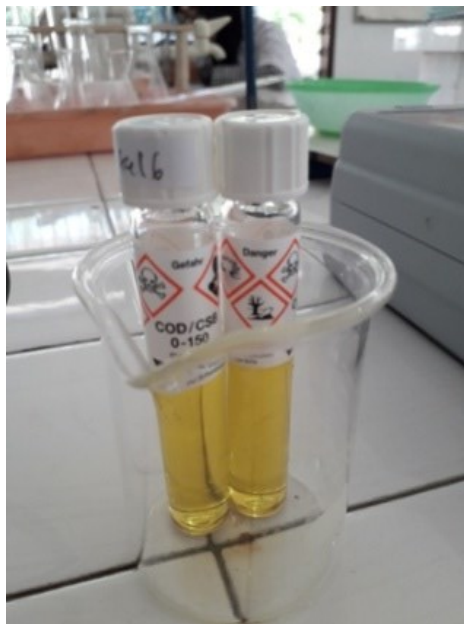
4) Melakukan analisis sampel uji

Anda dapat melakukan analisis dengan metode spekytofotometer atau dengan COD meter ataupun dengan metode volumetric. Untuk membekali kemampuan ketrampilan analisis anda, maka masing-masing metode akan kita pelajari.

**Prosedur analisis COD dalam sampel air dan air limbah dengan metode spektrofotometri (BSN, 2009)**

**Tahap 1. Proses digestion**

- 1) Pipet 2,5 mL sampel uji atau larutan kerja dan tambahkan 1,5 mL digestion solution dan tambahkan 3,5 mL larutan pereaksi asam sulfat ke dalam tabung atau ampul.
- 2) Tutup tabung dan kocok perlahan sampai homogen.
- 3) Letakkan tabung pada pemanas yang telah dipanaskan pada suhu 150°C, lakukan refluksselama 2 jam.



***Gambar 11. Proses digesti dalam digestion vessel***



**Gambar 15. Proses Refluks**

Terdapat catatan yang perlu anda perhatikan, yaitu selalu gunakan pelindung wajah dan sarung tangan untuk melindungi dari panas dan kemungkinan menyebabkan ledakan tinggi pada suhu 150°C.

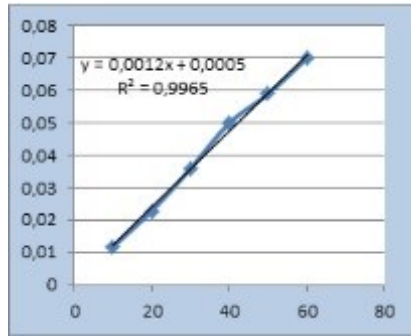
## **Tahap 2. Proses pembuatan kurva kalibrasi**

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

- (1) Hidupkan alat dan optimalkan alat uji spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengujian COD. Atur panjang gelombang pada 600 nm atau 420 nm.
- (2) Ukur serapan masing-masing larutan kerja kemudian catat dan plotkan terhadap kadar COD.
- (3) Buat kurva kalibrasi dari larutan standar dan tentukan persamaan garis linearnya. Gunakan program *excell* untuk membuat gambar dan persamaan regresi linear. Jika koefisien korelasi regresi linier ( $R^2$ ) < 0,995, perika kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 1-3, hingga diperoleh nilai koefisien  $R^2 \geq 0,995$ . Contoh persamaan regresi linear dapat anda perhartikan pada Gambar 17. Persamaan ini akan anda gunakan untuk mengukur kadar COD sampel air.



**Gambar 12. Alat Spektrofotometer UV-Vis**



**Gambar 17 Regresi Linear**

### Tahap 3. Pengukuran sampel uji

Pada tahap ini, anda diharapkan dapat memperkirakan angka COD air dan air limbah industri dalam sampel yang akan dianalisis. Ini perlu anda lakukan, untuk memilih metode pengukuran sampel uji. Bagaimana cara mendapatkan informasi angka COD dalam sampel air limbah industri? Lakukan peruntutan informasi lewat jurnal-jurnal penelitian. Informasi tersebut penting, agar anda tepat dalam memilih prosedur. Kemudian pilihlah satu prosedur pengukuran, yang diuraikan di bawah ini.

#### **(1) Pengukuran sampel yang diperkirakan mengandung angka COD 100 mg/L sampai dengan 900 mg/L.**

- a) Dinginkan perlahan-lahan sampel uji yang sudah direfluks sampai suhu ruang untuk mencegah terbentuknya endapan. Jika perlu, saat pendinginan sesekali tutup sampel uji dibuka untuk mencegah adanya tekanan gas.
- b) Biarkan suspensi mengendap dan pastikan bagian yang akan diukur benar-benar jernih.
- c) Ukur serapan sampel uji pada panjang gelombang 600 nm.
- d) Hitung angka COD berdasarkan persamaan linier kurva kalibrasi.
- e) Lakukan analisis duplo.

## (2) Pengukuran sampel uji untuk angka COD $\leq 90$ mg/L

- a) Dinginkan perlahan-lahan sampel uji yang sudah direfluks sampai suhu ruang, untuk mencegah terbentuknya endapan. Jika perlu, saat pendinginan sesekali tutup sampel uji dibuka untuk mencegah adanya tekanan gas.
- b) Biarkan suspensi mengendap dan pastikan bagian yang akan diukur benar-benar jernih.
- c) Gunakan pereaksi air sebagai larutan referensi.
- d) Ukur serapan sampel uji pada panjang gelombang 420 nm.
- e) Hitung angka COD berdasarkan persamaan linier kurva kalibrasi.
- f) Lakukan analisis duplo.

Terdapat catatan yang harus anda perhatikan, yaitu apabila kadar sampel uji berada di atas kisaran pengukuran, lakukan pengenceran.

### Tahap 4. Melakukan Perhitungan Angka COD

Setelah anda mendapatkan persamaan regresi linear dan data serapan sampel, maka langkah selanjutnya anda melakukan perhitungan untuk mendapatkan angka COD. Secara umum, perhitungan angka COD pada sampel air, yang dianalisis menggunakan metode Spektrofotometri, dapat dilakukan dengan cara sebagai berikut :

- (1) Masukkan angka absorbansi sampel uji ke dalam persamaan regresi linear pada kurva kalibrasi. Kadar COD adalah hasil pembacaan larutan konsentrasi sampel uji dari kurva kalibrasi.
- (2) Hitung angka COD menggunakan rumus sebagai berikut:

$$Y = aX + b$$

Keterangan:

Y : absorbansi sampel uji

X : konsentrasi, dalam ppm (mg/L)

a : slope

b : intersep

1) Hitung angka COD sampel uji dengan rumus

$$\text{Angka COD (mg O}_2\text{ / L)} = C \times f$$

Keterangan :

C : angka COD sampel uji(mg/L) dari hasil perhitungan regresi linear

f : faktor pengenceran

#### **e. Jaminan Mutu dan Pengendalian Mutu Analisis COD Air dan Air Limbah (BSN, 2009)**

Untuk mengurangi kesalahan dalam analisis, maka analisis harus mematuhi jaminan mutu dan pengendalian mutu.

1) Jaminan Mutu

2) Pengendalian Mutu

- a) Gunakan bahan kimia pro analisa (pa).
- b) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- d) Gunakan air suling bebas organik untuk pembuatan blanko dan larutan kerja.
- e) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- f) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu simpan maksimum 7 hari.
- g) Perhitungan koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.

- h) Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah sampel uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- i) Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah sampel uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference, RPD*) lebih besar atau sama dengan 10%, maka dilakukan pengukuran selanjutnya untuk mendapatkan RPD kurang dari 10%.

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

- j) Lakukan 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), dihitung dengan rumus berikut:

$$\%R = \left( \frac{A}{B} \right) \times 100\%$$

Keterangan:

- A : hasil pengukuran larutan baku KHP, dinyatakan dalam mg/L;
- B : kadar larutan baku KHP hasil penimbangan (*target value*), dinyatakan dalam mg/L.

- f. Contoh perhitungan analisis COD menggunakan metode Spektrofotometri

Seorang analis kimia, mendapatkan sampel air limbah industri tahu untuk dianalisis angka COD. Oleh analis sampel langsung dilakukan analisis COD dengan refluk tertutup secara



Spektrofotometri, sesuai SNI nomor 6989.2:2009. Data yang diperoleh selama analisis disajikan pada tabel... Bantulah analisis tersebut untuk menghitung angka BOD dalam sampel air limbah industri tahu.

**Tabel 16. Data Analisis COD Sampel Air Limbah**

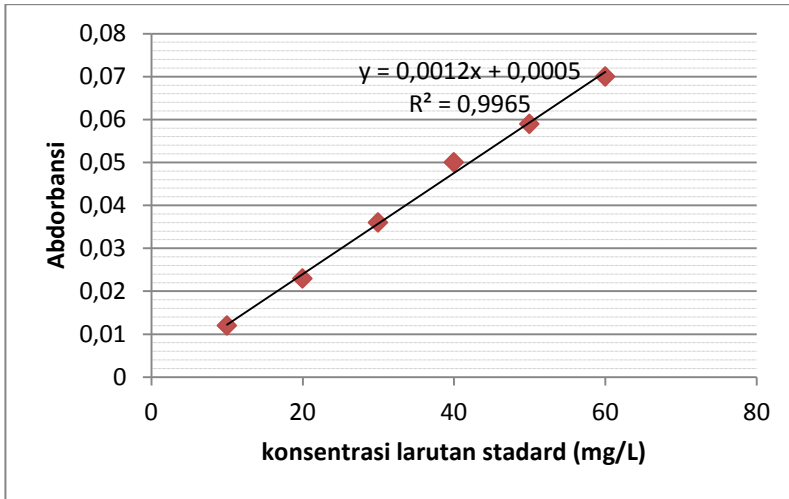
No	Data Analisis	
1	Pengukuran Absorbansi Larutan standar	Konsentrasi (mg/L) Absorbansi 10      0,012 20      0,023 30      0,036 40      0,050 50      0,059 60      0,070
2	Pengenceran sampel	Dipipit tepat 2,5 mL sampel, dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL, ditambah <i>aquadest</i> sampai tanda tera
4	Absorbansi sampel	Analisis 1 : 0,038 Analisis 2 : 0,039

Pertanyaan:

- 1) Tentukan persamaan regresi linear dan tunjukkan gambar grafiknya
- 2) Hitung Angka COD masing-masing analisis sampel 1 dan sampel 2
- 3) Hitung % RPD
- 4) Hitung angka COD sampel air limbah tahu
- 5) Bandingkan dengan baku mutu COD air limbah industri tahu sesuai Pergub Jateng nomor 5 tahun 2012

**Penyelesaian soal:**

- (1) Pembuatan persamaan regresi linear menggunakan program *excell*.



**Gambar 18. Grafik Regresi Linear Larutan Standard**

Berdasarkan perhitungan dengan program excel, diperoleh persamaan regresi linear  $Y = 0,0012 + 0,0005$  dengan koefisien regresi  $R^2 = 0,0996$ .

(2) Menghitung angka COD menggunakan persamaan regresi linear.

a. Angka COD analisis 1:

$$Y = 0,0012 X + 0,0005$$

$$0,038 = 0,0012 X + 0,0005$$

$$X = 31,25$$

Pengenceran sampel 20 kali, maka angka COD sampel pada analisis pertama adalah:

$$COD = C \times f$$

$$COD\ 1 = 31,25 \times 20$$

$$COD\ 1 = 625\ mg/L$$

b. Angka COD analisis 2

$$Y = 0,0012 X + 0,0005$$

$$0,039 = 0,0012 X + 0,0005$$

$$X = 32,08$$

Pengenceran sampel 20 kali, maka angka COD sampel pada analisis pertama adalah:

$$COD = C \times f$$

$$COD 2 = 32,08 \times 20$$

$$COD 2 = 641,6 \text{ mg/L}$$

(3) Menghitung % RPD dari analisis duplo

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

$$\%RPD = \left| \frac{625 - 641,6}{(625 + 641,6)/2} \right| \times 100\%$$

$$\%RPD = 1,31 \% < 10 \%$$

(4) Hitung angka COD sampel air limbah tahu

Karena dari hasil analisis COD secara duplo diperoleh %RPD lebih kecil dari 10%, maka angka COD dari kedua analisis duplo tersebut dapat di rata-rata.

$$\text{Jadi angka COD} = \frac{625 + 641,6}{2} = 633,3 \text{ mg/L}$$

(5) Apakah air limbah industri tahu sesuai Pergub Jateng nomor 5 tahun 2012

Pergub Jateng nomor 5 tahun 2012, mengatur baku mutu air limbah industri tahu, yaitu maksimal yang diperbolehkan untuk dibuang ke badan penerima seperti air, sebesar 250 mg/L. Sampel air limbah industri tahu yang dianalisis mempunyai angka COD sebesar 633,3 mg/L. Jadi air limbah industri tahu yang di analisis memiliki angka COD yang melebihi baku mutu air limbah industri tahu. Air limbah tersebut harus dilakukan pengolahan untuk menurunkan

angka COD sampai di bawah baku mutu, sebelum dibuang ke badan air penerima.

### 3. Analisis COD Metode Refluk Tertutup Secara Titrimetri

Dalam mempelajari metode analisis COD dengan refluks tertutup secara titrimetri ini, kita akan berpedoman pada SNI nomor 6989.73:2009.



**Gambar 19. Tube Digestion Vessel**

#### a. Prinsip Analisis

Senyawa organik dan anorganik, terutama organik, dalam sampel uji dioksidasi oleh  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  dalam 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)(BSN, 2009).

#### b. Persiapan Alat dan Bahan

Peralatan yang harus anda siapkan sebelum memulai analisis COD dengan refluks tertutup secara titrimetri, adalah sebagai berikut (BSN, 2009):

##### 1) Alat yang perlu disiapkan

- a) *Digestion vessel*, lebih baik gunakan kultur tabung borosilikat dengan ukuran 16 mm x 100 mm; 20 mm x 150 mm atau 25 mm x 150 mm bertutup ulir. Atau alternatif lain, gunakan ampul borosilikat dengan kapasitas 10 mL (diameter 19 mm sampai dengan 20 mm).

Apabila di laboratorium tidak tersedia *digestion vessel* dan *heating block* serta COD reaktor, maka anda dapat

menggunakan alat refluks biasa, yang terdiri dari Erlenmeyer 250 mL, kondensor Liebig dengan sistem *ground glass joint* (sambungan kaca asah) (Alaerts & Santika, 1987).

- b) Pemanas dengan lubang-lubang penyangga tabung (*heating block*). **Perhatian:** anda dilarang menggunakan oven.
  - c) Mikroburet
  - d) Alat-alat gelas (Labu ukur, pipet volum, pipet ukur, Erlenmeyer, gelas piala)
  - e) Magnetic stirrer
  - f) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg
- 2) Bahan yang perlu disiapkan

Bahan yang harus anda siapkan untuk analisis COD dengan refluks tertutup secara titrimetri adalah:

- a) Air bebas organik
- b) Larutan pereaksi  $H_2SO_4$

Larutkan 10,12 gram serbuk  $Ag_2SO_4$  ke dalam 1000 mL  $H_2SO_4$  pekat. Aduk hingga larut.

Perhat Proses pelarutan  $Ag_2SO_4$  dalam asam sulfat dibutuhkan waktu pengadukan selama 2 (dua) hari, sehingga digunakan magnetik stirer untuk mempercepat melarutnya pereaksi.

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

Larutkan 4,903 gram  $K_2Cr_2O_7$  yang telah dikeringkan pada suhu  $150^\circ C$  selama 2 jam ke dalam 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. Bila laboratorium memiliki

larutan baku kalium dikromat siap pakai, anda dapat menggunakannya.

d) Larutan indikator ferroin

Larutkan 1,485 g 1,10-phenanthrolin monohidrat dan 695 mg  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dalam air bebas organik dan encerkan sampai 100 mL. Bila laboratorium memiliki larutan indikator siap pakai, anda dapat menggunakannya.

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

Larutkan 19,6 g  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dalam 300 mL air bebas organik, tambahkan 20 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, dinginkan dan tepatkan sampai 1000 mL.

f) Asam sulfamat ( $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ ).

Digunakan jika ada gangguan nitrit. Tambahkan 10 mg asam sulfamat untuk setiap mg  $\text{NO}_2\text{-N}$  yang ada dalam sampel uji.

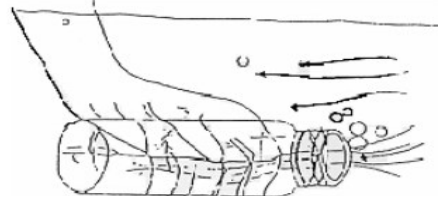
g) Larutan baku Kalium Hidrogen Ftalat ( $\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$ , KHP)  $\approx$  COD 500 mg  $\text{O}_2/\text{L}$

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

Catatan yang perlu anda perhatikan yaitu: 1) Larutan baku KHP digunakan sebagai pengendalian mutu kinerja pengukuran. 2) Jika laboratorium memiliki larutan baku KHP siap pakai, maka anda dapat menggunakannya.

**c. Cara Kerja Analisis COD**

- 1) Pengambilan sampel air dan air limbah industri untuk analisis COD



**Gambar 20. Pengambilan Sampel Air**

Sampel air dan air limbah untuk analisis COD

diambil sesuai prosedur pengambilan sampel yang dijelaskan dalam SNI 6989.59:2008:

- a) Lakukan persiapan wadah sampel sebelum dibawa ke lokasi sampling.

Wadah sampel air berupa botol dari gelas atau polietilen beserta tutup dicuci dengan deterjen bebas fosfat, kemudian dibilas dengan air bersih. Selanjutnya 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. Botol siap untuk mengambil sampel air.

- b) Untuk pengambilan sampel air, dengan menyelupkan 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(BSN, 2008).
- c) Botol diisi sampai penuh dan dihindarkan terjadinya turbulensi dan gelembung udara selama pengisian, kemudian botol ditutup.
- d) Botol yang telah terisi sampelair, kemudian dimasukkan ke *box ice* atau *freezer bag* dengan suhu 4°C dan selanjutnya dibawa ke laboratorium.
- e) Setelah sampel sampai di laboratorium, anda harus segera melakukan analisis COD.

## 2) Persiapan Sampel Uji

Setelah sampel uji sampai di laboratorium, homogenkan sampel uji. Bila sampel mengandung angka TSS tinggi, maka dianjurkan untuk diblender. Disamping itu, ada juga harus mempersiapkan *digestion vessel* dan tutupnya, dengan mencuci menggunakan  $H_2SO_4$  20% sebelum digunakan.

## 3) Pengawetan sampel uji

Namun apabila sampel tidak langsung dianalisis, anda perlu melakukan pengawetan dengan menambahkan  $H_2SO_4$  pekat sampai  $pH < 2$  dan didinginkan pada suhu  $\leq 4^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$ . Lama penyimpanan maksimum yang dianjurkan yaitu 7 hari. Lama penyimpanan maksimum menurut EPA adalah 28 hari.

## 4) Persiapan pengujian

Lakukan standarisasi larutan baku FAS dengan larutan baku kalium dikromat setiap melakukan pengujian dengan cara sebagai berikut:

Pipet 5,0 mL *digestion solution* ke dalam Erlenmeyer, tambahkan air bebas organik sejumlah sampel uji dan dinginkan pada suhu ruang. Tambahkan 1-2 tetes indikator ferroin dan titrasi dengan larutan titrasi FAS. Hitung kembali molaritas larutan.

$$M_{FAS} = \frac{\text{volume } K_2Cr_2O_7}{\text{volume FAS}} \times N_{\text{digestion solution}}$$

## 5) Prosedur Pengujian COD Pada Sampel

- a) Pipet 2,5 mL sampel uji dan tambahkan 1,5 mL *digestion solution* dan tambahkan 3,5 mL larutan pereaksi asam sulfat ke dalam tabung *digestion vessel*



**Gambar 21. Alat Refluk tertutup**



atau ampul.

- b) Tutup tabung dan kocok perlahan sampai homogen.
- c) Letakkan tabung pada pemanas yang telah dipanaskan pada suhu  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ , lakukan *digestion* selama 2 jam. **Perhatikan:** selalu gunakan alat pelindung diri yang sesuai dan lakukan di ruang asam.



**Gambar 22. Warna campuran setelah refluk**

- d) Dinginkan perlahan-lahan sampel uji yang sudah direfluks sampai suhu ruang. Saat pendinginan sesekali tutup sampel uji dibuka untuk mencegah adanya tekanan gas.
- e) Pindahkan secara kuantitatif sampel uji dari *tube* atau ampul ke dalam *Erlenmeyer* untuk titrasi. Akan terlihat warna kuning seperti pada Gambar 22.



**Gambar 23 Setelah penambahan indikator feroin**

- f) Tambahkan indikator feroin  $0,05\text{-}0,1\text{ mL}$  atau 1-2 tetes. Perubahan warna seperti pada Gambar 23.
- g) Aduk dengan pengaduk magnetik sambil dititrasi dengan larutan baku FAS  $0,05\text{ M}$  sampai terjadi perubahan warna yang jelas dari hijau-biru menjadi coklat-kemerahan, catat volume larutan FAS yang digunakan.
- h) Lakukan langkah a sampai dengan f terhadap air bebas organik sebagai blanko.
- i) Catat volume larutan FAS yang digunakan.

j) Lakukan analisis secara duplo



**Gambar 24. Perubahan warna TAT, hijau kebiruan ke merah kecoklatan**

6) Perhitungan

Setelah mendapatkan data analisis, maka anda harus melakukan perhitungan angka COD sebagai mg/L O<sub>2</sub> dalam sampel air. Rumus perhitungan angka COD sebagai berikut:

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

Keterangan :

A : volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk blanko(mL)

B : volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk sampel(mL)

M : molaritas larutan FAS

8000: berat miliequivalen oksigen x 1000 mL/L

7) Pengendalian Mutu dan Jaminan Mutu

Untuk hasil analisis yang dapat dipercaya, maka anda harus mematuhi beberapa hal tentang penjaminan mutu dan jaminan mutu.

- a) Gunakan bahan kimia pro analisis (pa)
- b) Gunakan alat gelas bebas kontaminansi
- c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi
- d) Gunakanlah *quadedest* bebas organik untuk pembuatan blanko dan larutan kerja.
- e) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- f) Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5-10% per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah sampel uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- g) Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5-10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah sampel uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference, RPD*) lebih besar atau sama dengan 10%, maka dilakukan pengukuran selanjutnya untuk mendapatkan RPD kurang dari 10%.

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

- h) Lakukan 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*)

$$\%R = \left( \frac{A}{B} \right) \times 100\%$$

Keterangan:


A : hasil pengukuran larutan baku KHP(mg/L);

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

g. Contoh Analisis COD Pada Air Limbah

Untuk memperdalam kemampuan analisis COD dengan metode refluk tertutup secara titrimetri, mari kita pelajari contoh di bawah ini.

**Tabel 17. Contoh Data Pengujian Sampel**

No	Uraian	Data	
1	Sampel 	Air limbah domestik outlet IPAL Kedungtungkul <b><u>Gambar 25. Outlet IPAL Domestik Kedungtungkul Surakarta</u></b>	
2	Koreksi kadar Digestion Solution	Berat perhitungan	0,4903 gram
		Berat penimbangan	0,4885 gram
3	Standardisasi FAS	Vol titran 1	7,520 mL
		Vol titran 2	7,640 mL
		Vol titran 3	7,650 mL
4	Volume titran blanko		1,925 mL
5	Volume sampel	Analisis 1	2,5 mL
		Analisis 2	2,5 mL
6	Volume FAS sampel	Analisis 1	1,720 mL
		Analisis 2	1,750 mL

Sumber : (Lestari, 2017)

**Soal:**

- a) Hitunglah kadar FAS
- b) Hitunglah % RPD dan angka COD sampel uji
- c) Apakah angka COD sampel memenuhi baku mutu?

**Penyelesaian soal:**

- a) Standarisasi FAS

Koreksi kadar *Digestion Solution*

$$\text{Kadar } K_2Cr_2O_7 = \frac{\text{Berat penimbangan}}{\text{Berat perhitungan}} \times N$$

$$\text{Kadar } K_2Cr_2O_7 = \frac{0,4885}{0,4903} \times 0,1 N$$

$$\text{Kadar } K_2Cr_2O_7 = 0,0996 N$$

Jadi Kadar *Digestion Solution* yang digunakan adalah 0,0996 N. Selanjutnya data koreksi kadar ini, silakan anda gunakan untuk menghitung standarisasi FAS.

Volume titran 1: 7,520 mL

Volume titran 2: 7,640 ml

Volume titran 3: 7,660 mL

Jadi rata-rata volume titran = 7,650 mL

$$M \text{ FAS} = \frac{V \text{ digestion solution} \times 0,1 N}{V \text{ FAS (mL)}} \times N \text{ digestion solution}$$

$$M \text{ FAS} = \frac{5}{7,650} \times 0,0996$$

$$M \text{ FAS} = 0,0651 M$$

Jadi Molaritas FAS adalah 0,0651 M

Volume titran blanko adalah 1,915 mL

- b) Perhitungan angka COD dalam sampel air

Volume titran pada analisis 1 = 1,720 ml

$$COD\ 1\ (mgO_2/L) = \frac{(A - B) \times M \times 8000}{ml\ sampel\ uji}$$

$$COD\ 1\ (mgO_2) = \frac{(1,925 - 1,720) \times 0,0651 \times 8000}{2,5}$$

$$COD\ 1\ (mgO_2) = \frac{(1,925 - 1,720) \times 0,0651 \times 8000}{2,5}$$

$$COD\ 1\ (mgO_2) = 42,7056\ mg/L$$

$$COD\ 2\ (mgO_2) = \frac{(1,925 - 1,750) \times 0,0651 \times 8000}{2,5}$$

$$COD\ 2\ (mgO_2) = 36,4560$$

c) Selanjutnya menghitung % RPD dari hasil analisis duplo, sbb,

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

$$\%RPD = \left| \frac{42,7056 - 36,4560}{(42,7056 + 36,4560)/2} \right| \times 100\%$$

$$\%RPD = 15,79\ \% > 10\ \%$$

Dari analisis secara duplo diperoleh % RPD lebih besar dari 10 %, analisis harus melakukan analisis COD lagi sampai diperoleh % RPD lebih kecil dari 10%.

- a. Setelah % RPD lebih kecil dari 10%, anda baru dapat merata-rata angka COD1 dan COD2. Kemudian dibandingkan dengan baku mutu air limbah domestik yang memiliki standar maksimal boleh dibuang ke badan sungai sebesar 100 mg/L (Menteri Lingkungan Hidup dan Kehutanan, 2016)

### 3. Analisis COD Menggunakan COD Meter

Selain metode spektrofotometri dan titrimetri yang telah anda pelajari, terdapat metode lain yang dapat anda gunakan. Metode analisis COD dengan menggunakan COD meter dapat anda gunakan juga, dengan syarat tersedia di laboratorium. Alat ini dapat anda bawa ke lapangan ketika anda melakukan sampling. Artinya dengan metode ini, anda dapat menguji angka COD pada

sampel di tempat lokasi sampling. Metode ini simple sekali langkah-langkah analisisnya, yaitu:



a. Masing-masing tube yang berisi 2,5 mL sampel uji dan blanko ditambahkan Kalium Dikromat ( $K_2Cr_2O_7$ ) 0,25N sebanyak 2ml

**Gambar 26 Campuran sampel dan  $K_2Cr_2O_7$  dalam tube**

b. Dikocok lalu dimasukkan ke dalam COD reaktor selama 2jam, untuk melakukan refluk secara tertutup.



**Gambar 27 COD Reaktor Lovibond RD 125**

c. Dinginkan perlahan-lahan sampel uji yang sudah direfluks sampai suhu ruang, untuk mencegah terbentuknya endapan. Jika perlu, saat pendinginan sesekali tutup sampel uji dibuka untuk mencegah adanya tekanan gas.



**Gambar 28. Alat COD Meter Lovibond MD 200**

- d. Biarkan suspensi mengendap dan pastikan bagian yang akan diukur benar-benar jernih.
- e. Lakukan pembacaan pada alat COD meter dan catatlah angka COD yang terlihat dalam monitor.

Sebagai gambaran analisisnya, anda perhatikan contoh analisis COD pada air limbah tahu di bawah ini.

Hasil pembacaan COD<sub>1</sub> pada sampel sebesar 654 mg/L O<sub>2</sub> dan COD<sub>2</sub> pada ulangan analisis sebesar 656 mg/L O<sub>2</sub>. Selanjutnya dihitung %RPDnya.

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

$$\%RPD = \left| \frac{654 - 656}{(654 + 656)/2} \right| \times 100\%$$

$$\%RPD = 0,31 \%$$

Karena % RPD lebih kecil dari 10%, maka hasil pembacaan duplo dapat dirata-rata untuk mendapatkan angka COD sampel air limbah tahu.

$$\text{Rata-rata angka COD} = \frac{654 + 656}{2} = 655 \text{ mg/L O}_2$$

Jadi angka COD sampel air limbah industri tahu sebesar 655 mg/L O<sub>2</sub>.

## C. Penutup

### 1. Rangkuman

COD kepanjangan dari *Chemical Oxygen Demand* atau Kebutuhan Oksigen Kimia (KOK). Angka COD adalah jumlah oksigen (mg O<sub>2</sub>) yang diperlukan untuk mengoksidasi zat-zat organik yang ada dalam 1 L sampel air atau air limbah industri melalui reaksi kimia, menggunakan K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> sebagai *oxidizing agent*. Polutan organik yang bersifat *biodegradable* dan *non biodegradable* dalam air atau air limbah industri akan dioksidasi oleh K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> dengan katalisator AgSO<sub>4</sub> dan pemanasan, menjadi CO<sub>2</sub> gas, H<sub>2</sub>O gas dan Cr<sup>3+</sup>. Semakin banyak volume K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> yang dipakai, menunjukkan semakin banyak oksigen yang diperlukan, berarti sampel air tercemari banyak polutan organik.



Terdapat beberapa cara analisis angka COD dalam sampel air atau air limbah, yaitu secara spektrofotometri, titimetri dan COD meter. Secara umum memiliki cara yang sama pada tahap refluk tertutup selama 2 jam, setelah ditambah dengan *digestion solution* dan  $\text{AgSO}_4$ . Selanjutnya dilakukan pembacaan absorban sampel dengan spektrofotometri atau menggunakan cara titrasi ataupun dibaca pada COD reactor Livebond. Selama analisis harus menghilangkan gangguan-gangguan, seperti ion klorida ( $\text{Cl}^-$ ) dan ion nitrit ( $\text{NO}_2^-$ ) dalam sampel air.

**2. Evaluasi & Kunci Jawaban**

Sebagai evaluasi ketercapaian kompetensi akhir yang diharapkan pada pertemuan bab Analisis COD ini, anda diminta untuk mengerjakan soal di bawah ini. Usahakan anda mengerjakan sendiri, agar anda secara jujur dapat menilai tingkat kemampuan anda. Bagi anda yang mempunyai NIM genap harap berlatih mengerjakan soal nomor “a”, sedangkan bagi anda yang memiliki NIM ganjil, harap mengerjakan soal nomor “b”. Setelah selesai mengerjakan, emailkan jawaban selambat-lambatnya 2 hari sebelum kuliah berikutnya dilaksanakan.

a. Untuk anda bernomor genap

No	Data Analisis	
1	Pengukuran Absorbansi Larutan standar	Konsentrasi (mg/L) Absorbansi
		10 0,018
		20 0,036
		30 0,050
		40 0,068
		50 0,076
2	Pengenceran sampel	60 0,090
		Dipipit tepat 5 mL sampel limbah industri alkohol, dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL, ditambah <i>aquadest</i> sampai tanda tera
4	Absorbansi sampel	Analisis 1 : 0,062
		Analisis 2 : 0,069

**Soal:**

- (1) Tentukan persamaan regresi linear dan tunjukkan gambar grafiknya
  - (2) Hitung Angka COD masing-masing analisis sampel 1 dan sampel 2
  - (3) Hitung % RPD
  - (4) Hitung angka COD sampel air limbah industri alkohol
  - (5) Bandingkan dengan baku mutu COD air limbah industri alkohol sesuai Pergub Jateng nomor 5 tahun 2012
- b. Untuk anda bernomor ganjil

No	Uraian	Data	
1	Sampel	Air waduk Gajah Mungkur Wonogiri	
2	Koreksi kadar Digestion Solution	Berat perhitungan	0,4903 gram
		Berat penimbangan	0,4890 gram
3	Standardisasi FAS	Vol titran 1	8,630 mL
		Vol titran 2	8,620 mL
		Vol titran 3	8,620 mL
4	Volume titran blanko		2,525 mL
5	Volume sampel	Analisis 1	2,5 mL
		Analisis 2	2,5 mL
6	Volume FAS sampel	Analisis 1	2,350 mL
		Analisis 2	2,400 mL

**Soal:**

- (1) Hitunglah kadar FAS
- (2) Hitunglah % RPD dan angka COD sampel uji
- (3) Apakah angka COD sampel memenuhi baku mutu?

Selamat berlatih, good luck.

### **3. Tindak Lanjut**

Bandungkan jawaban soal yang anda kerjakan dengan kunci jawaban (dikirim dosen setelah anda mengirim jawaban). Apabila anda sudah mampu menghitung angka COD dengan 100% benar, berarti anda telah mencapai KAD. Anda tidak akan mengalami kesulitan untuk mempelajari bab selanjutnya. Namun apabila anda belum mampu melakukan analisis COD dengan tepat, maka ulangi lagi latihan menghitung angka COD sampai benar-benar terampil. Setelah itu, silakan anda mempelajari bab selanjutnya.

# **BAB VI**

## **ANALISIS FENOL AIR DAN AIR LIMBAH**

### **A. Pendahuluan**

#### **1. Deskripsi singkat cakupan materi**

Sebagai analis kimia anda akan dibekali tentang analisis fenol pada air dan air limbah industri. Fenol merupakan parameter kimia, yang bila ada dalam air permukaan seperti sungai, waduk dan danau dapat menimbulkan pencemaran lingkungan. Sumber fenol berasal dari air limbah industri, seperti industri batik. yang dibuang ke lingkungan. Kandungan fenol dalam limbah industri sebelum dibuang ke badan air perlu dianalisis.

Anda akan dibekali cara analisis fenol berdasarkan metode terstandar, seperti SNI. Anda akan mempelajari prinsip analisis, alat dan bahan yang perlu disiapkan sebelum melakukan analisis di laboratorium, cara analisis sampai cara perhitungannya. Tidak lupa anda juga perlu mempelajari baku mutu air limbah industri yang mempersyaratkan parameter fenol.

#### **2. Kemampuan akhir yang diharapkan**

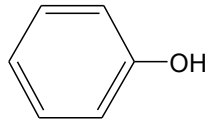
Setelah mengikuti pembelajaran ini mahasiswa Analis Kimia dapat trampil mengukur angka Fenol air & air limbah secara tepat menggunakan metode terstandar

## B. Penyajian

### 1. Dasar Teori Analisis Fenol dalam Air dan Air Limbah

#### a. Sumber Polutan Fenol dalam Air

Fenol adalah senyawa organik, termasuk dalam golongan senyawa aromatik. Fenol memiliki rumus bangun sebagai berikut:



Fenol

Keberadaan fenol dalam air permukaan, seperti sungai, waduk dan danau, dapat mengganggu kelangsungan hidup biota air, seperti ikan. Fenol bersifat toksik terhadap ikan, dapat menyebabkan *genotoxic*, *carcinogenic* dan *immunotoxic*. Toksisitas senyawa fenol terhadap ikan mas (*Cyprinus Carpio*) memiliki batas aman pada kadar 2,4 ppm. Pada konsentrasi fenol 2,4 ppm, 100% ikan mas hidup (Leba, 2017).

Sumber polutan fenol dalam air permukaan adalah dari kegiatan masyarakat, seperti industri yang menggunakan senyawa fenol dalam prosesnya. Air limbah industri yang disinyalir mengandung fenol adalah industri farmasi, industri elektronika, industri cat, industri perakitan sepeda motor, dan industri lainnya.

#### b. Baku Mutu Fenol Air dan Air Limbah Industri

Senyawa fenol merupakan polutan kimia organik. Keberadaannya dalam air permukaan diatur dalam Peraturan Pemerintah No 82 tahun 2001. Baku mutu dalam air kelas satu, kelas dua dan kelas tiga maksimal mengandung fenol sebesar 1 mg/L. Sedangkan baku mutu untuk air limbah industri yang mengandung fenol, diatur dalam SK Gubernur Jateng No. 5 tahun 2012, tentang standar baku mutu limbah cair untuk kegiatan industri, seperti pada tabel berikut:

***Tabel 18. Daftar Baku Mutu Fenol dalam Limbah Industri***

No	Nama Industri	Kadar maksimum (mg/L)	Beban Pencemaran Maksimum
1	cat& tinta	0,20	0,10 (g/m <sup>3</sup> )
2	Farmasi	1	-
3	Mebel	0,2	0,005 (kg/m <sup>3</sup> )
4	Lem ( <i>Glue</i> )	1	0,075 (g/ton)
5	Jamu	0,2	0,003 (kg/ton)
6	Kacang garing	0,5	0,0005 (kg/ton)
7	Kayu lapis & papan partikel	0,25	0,0625 (g/m <sup>3</sup> )
8	Minyak goreng proses basah	0,2	0,001 (kg/ton)
9	Minyak goreng proses kering	0,2	0,0001 (kg/ton)
10	Tekstil dan batik	.....	.....
11	Rokok dan/ cerutu	.....	.....
12	.....	.....	.....
13	.....	.....	.....
14	Kawasan Industri	.....	.....

**Carilah informasi lewat internet baku mutu tersebut dan kemudian tolong anda lengkapi titik-titik dalam tabel 18.**

Kadar maksimum setiap parameter pada tabel 18 dinyatakan dalam milligram parameter per liter air limbah. Sedangkan beban pencemaran maksimum menggunakan satuan yang berbeda-beda, tergantung jenis industrinya. Misalnya, untuk industri cat, satuan konsentrasi beban pencemaran maksimum dinyatakan dalam gram parameter per meter kubik produk cat.

## **2. Analisis Fenol dalam Air dan Air Limbah Industri**

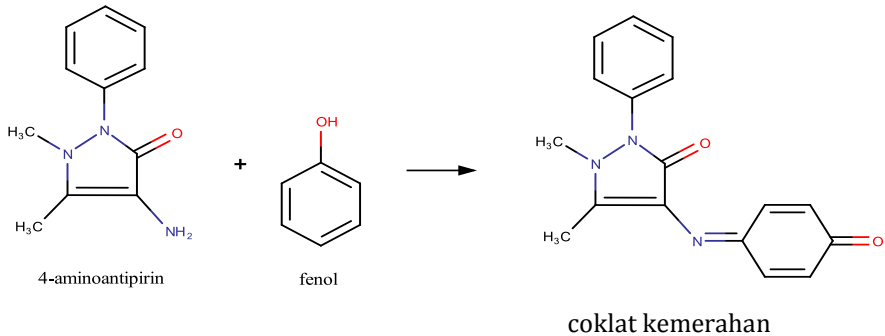
Metode analisis parameter fenol dalam air dan air limbah secara spektrofotometri yang akan anda pelajari ini, didasarkan pada SNI *06-6989.2-2004*.

### **a. Tujuan dan Prinsip Analisis Fenol dalam Air dan Air Limbah**

Tujuan analisis fenol ini adalah untuk mengukur kadar fenol dalam sampel air permukaan dan air limbah industri, menggunakan metode spektrofotometri Uv-Vis. Disamping itu, juga untuk membandingkan kadar fenol dalam sampel air permukaan dan air limbah industri terhadap baku mutu lingkungan. Untuk sampel air sungai, air waduk dan air danau, silakan anda bandingkan dengan baku mutu air kelas 2 pada PP 82 tahun 2001. Sedangkan untuk air limbah industri, silakan anda bandingkan dengan baku mutu limbah cair industri pada Peraturan Gubernur Jawa Tengah nomor 5 tahun 2012.

Prinsip analisis fenol ini adalah pada pH  $7,9 \pm 0,1$ , senyawa fenol dalam air akan bereaksi dengan 4-aminoantipirin, membentuk kompleks warna merah kecoklatan dari antipirin. Warna merah kecoklatan yang terbentuk diukur absorbansinya pada  $\lambda$ 460 nm atau 500 nm (BSN, 2004).

Reaksi antara fenol dalam sampel air dengan reagen 4-amino antipirin, dijelaskan pada Gambar 18.



**Gambar 29. Reaksi Fenol dengan 4-aminoantipirin**

### **b. Persiapan Alat dan Bahan Fenol dalam Air dan Air Limbah**

Sebelum melakukan analisis, sebagai analisis anda diwajibkan untuk mempersiapkan peralatan dan bahan yang akan digunakan selama analisis fenol.

Alat-alat yang perlu disiapkan meliputi (BSN, 2004):

- 1) Spektrofotometer UV-Vis
- 2) Satu set alat Destilasi dengan labu didih 1000 mL
- 3) Penangas dengan pengatur suhu
- 4) Satu set alat titrasi (Buret, statif, dll)
- 5) Corong pemisah
- 6) Labu ukur
- 7) Gelas ukur
- 8) Pipet ukur dan pipet volum
- 9) Beker gelas
- 10) Erlenmeyer

Sedangkan bahan kimia atau reagen yang harus anda siapkan meliputi:

- 1) Natrium sulfat anhidrat,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$
- 2) *Aquadest* dengan DHL 0,5- 2  $\mu\text{mohms/cm}$



- 3) Kristal Kalium Iodida, KI
- 4) Serbuk Natrium klorida, NaCl
- 5) Kristal fenol, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH murni 99,99%
- 6) Kloroform, CHCl<sub>3</sub>
- 7) Kalium dikromat, K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 0,025 N
- 8) Serbuk dikalium hidrogen fosfat, K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>
- 9) Serbuk kalium dihidrogen fosfat, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>
- 10) Larutan kalium ferisianida, K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>
- 11) Larutan bromat-bromida 0,1N, yang disiapkan dengan cara menimbang 2,784 g KBrO<sub>3</sub> anhidrat, tambahkan 10 gram kristal kalium bromida, KBr kemudian dilarutkan dengan air suling sampai 100 mL.
- 12) Indikator metal jingga 5%, dibuat dengan cara melarutkan 5 gram kristal metil jingga dengan air suling sampai 100 mL.
- 13) Larutan Asam fosfat, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 1:9, dibuat dengan cara memipet 10 mL H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 85%, kemudian tambahkan 90 mL air suling dalam labu ukur 100 mL.
- 14) Larutan Natrium thiosulfat, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,025 N. Dibuat dengan cara melarutkan 6,205 gram Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>7</sub> dan 0,25 gram NaOH dengan air suling sampai volume 1000 mL dalam labu ukur.
- 15) Larutan indikator amilum 0,05%. Dibuat dengan cara: melarutkan 50 mg kristal kanji dalam 100 mL air suling.
- 16) Larutan Natrium Hidroksida, NaOH 2,5N. Dibuat dengan cara melarutkan 10 g NaOH kristal dalam 100 mL air suling.
- 17) Larutan ammonium hidroksida, NH<sub>4</sub>OH 0,5 N. Dibuat dengan cara mengencerkan 35 mL NH<sub>4</sub>OH pekat dengan air suling sampai 1000 L.

- 18) Larutan asam sulfat,  $H_2SO_4$  1 N. Disiapkan dengan cara memipet 2,777 mL  $H_2SO_4$  pekat, tambah *aquadest* sampai 100 mL.
- 19) Larutan asam sulfat  $H_2SO_4$  4 N, dibuat dengan memipet 11,11 mL  $H_2SO_4$  pekat, ditambah *aquadest* sampai volume 100 mL.
- 20) Larutan penyangga fosfat. Dibuat dengan melarutkan 104,5 gram  $K_2HPO_4$  ditambah 72,3 gram  $KH_2PO_4$  dengan *aquadest*, hingga pH 6,8, ukur dengan pH meter.
- 21) Larutan 4-aminoantipirin, dibuat dengan melarutkan kristal 4-aminoantipirin sebanyak 2,0 gram, ditambah *aquadest* hingga volume 100 mL. Larutan ini sebaiknya dibuat segar, saat akan melakukan analisis.
- 22) Larutan Kalium ferisianida  $K_4Fe(CN)_6$ , dibuat dengan cara melarutkan 8,0 gram ferisianida dalam 100 mL *aquadest*. Anda dapat menyimpan larutan ini. Batas waktu penyimpanan maksimal 1 minggu
- 23) Sampel yang akan diperiksa kadar fenolnya disediakan mahasiswa. Air permukaan atau air limbah industri

### c. Mempersiapkan sampel uji

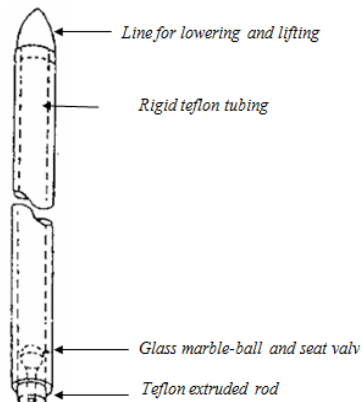
Mempersiapkan sampel uji, dapat dimulai dari pengambilan sampel secara representatif, mengacu prosedur yang terstandar. Namun apabila anda bekerja di laboratorium uji, tidak perlu melakukan sampling air dilokasi sampling karena sampling sudah dilakukan sendiri oleh konsumen. Mari kita perhatikan bagaimana cara pengambilan sampel untuk analisis parameter fenol.

#### 1) Pengambilan sampel air dan air limbah industri

Fenol termasuk senyawa aromatik, maka teknik pengambilan sampelnya harus sesuai untuk parameter

senyawa aromatik. Berdasarkan SNI 6989-59-2008, teknik pengambilan sampel untuk pengujian senyawa aromatik, mengikutitahapan sebagai berikut:

- a) Tentukan sampel yang akan diuji, apakah air permukaan atau air limbah industri.
- b) Tentukan lokasi dan titik pengambilan sampel yang akan diuji sesuai tujuan analisis sampel.
- c) Berdasarkan titik pengambilan sampel yang telah ditentukan, lakukan pengambilan sampel dengan menggunakan alat bailer sampel, seperti Gambar 30 (BSN, 2008)
- d) Pasang sarung tangan dari lateks sebelum melakukan sampling. Hindari penggunaan sarung tangan dari plastik.
- e) Buka alat bailer, masuk kan sampel perlahan-lahan, sampai terbentuk convex meniscus di puncak botol
- f) Tutup secara perlahan, pastikan tidak ada gelembung udara dalam botol. Cek dengan cara membalikkan botol, tahan sebentar kemudian perhatikan apakah ada gelembung udara di dalam botol. Bila ada maka sampel harus dibuang, ganti dengan contoh yang baru.



**Gambar 3. Alat sampling tipe Bailer**

## 2) Pengawetan sampel uji

Setelah sampel sampai di laboratorium, ternyata analisis tidak dapat melakukan analisis dengan segera, maka analisis harus melakukan pengawetan sampel. Sampel uji diawetkan dengan cara menambah  $H_2SO_4$  sampai  $pH \leq 2$ , kemudian disimpan pada lemari es pada suhu  $4^{\circ}C$ . Sampel yang telah diawetkan memiliki waktu simpan maksimal 28 hari.

## 3) Persiapan sampel uji

- a) Siapkan 2 buah labu destilasi 1L, untuk analisis duplo
- b) Masukkan 500 mL sampel pada masing-masing labu destilasi
- c) Masukkan batu didih dan indikator metal jingga beberapa tetes, sampai terbentuk warna kuning.
- d) Tambahkan asam fosfat (1:9) sebanyak 2-3 tetes sampai terbentuk warna merah jingga dengan  $pH \pm 4,0$ . Perhatikan apakah timbul gas  $H_2S$  atau  $SO_4$ . Kocoklah perlahan, bila ada gas tersebut, sampai gas hilang.
- e) Bila warna sampel kembali kuning, tambahkan asam fosfat lagi.
- f) Lakukan destilasi sampai volume destilat 450 mL matikan api. kemudian ke dalam labu destilasi tambahkan 50 mL *aquadest*. Lanjutkan destilasi sampai volume destilat 500 mL.
- g) Perhatikan warna destilat, jika jernih maka dilanjutkan pada tahap cara analisis. Namun bila warna destilat keruh, tambahkan asam fosfat lagi sampai merah jingga, kemudian ulangi destilasi sesuai point f.
- h) Bila setelah dilakukan destilasi ulang, tapi destilat masih tetap keruh, maka analisis harus melakukan ekstraksi terhadap sampel.

Prosedur ekstraksi sampel sebagai berikut:

- a) Siapkan 2 buah corong pisah untuk analisis duplo. Masukkan 500 mL sampel uji ke dalam masing-masing corong pisah
- b) Tambahkan indikator metal jingga sebanyak 4 tetes, dan asam sulfat IN tetes demi tetes sampai terbentuk warna merah jingga, selanjutnya tambahkan NaCl sebanyak 150 gram
- c) Tambahkan kloroform 40 ML, kocok dan biarkan sampai terbentuk lapisan kloroform yang memisah
- d) Ambillah lapisan kloroform, masukkan ke corong pisah kosong, tambahkan 25 mL kloroform, lakukan ekstraksi. ulangi ekstraksi sebanyak 4 kali,
- e) Ke dalam lapisan kloroform tambahkan 4,0 ML NaOH 2,5 N, lalu kocoklah dan pindahkan ekstrak alkalis ke dalam beker gelas
- f) Tambahkan 3 mL NaOH 2,5 N ke dalam larutan kloroform, kocok kembali dan satukan hasil ekstrak alkalis.
- g) Uapkan hasil ekstraksi dengan memanaskan di atas penangas air dengan suhu  $55 \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Setelah dingin tambahkan *aquadest* sampai volume menjadi 500 ML
- h) Ulangi lagi destilasi mulai langkah 5-7
- i) Destilat yang jernih merupakan sampel uji.
- j) **Sampel uji siap dianalisis.**

**d. Mempersiapkan Analisis**

- 1) Mempersiapkan larutan induk Fenol
  - a) Pembuatan larutan induk: Timbang 1,00 gram Fenol bebas air, masukkan ke dalam labu takar 1 L. Larutkan dengan 100 mL *aquadest*. Setelah larut tambahkan lagi *aquadest* sampai tanda tera.

## b) Penetapan Kadar larutan induk Fenol

- (1) Masukkan 50 mL larutan induk Fenol ke dalam Erlenmeyer 500 mL,
- (2) Tambahkan larutan bromat-bromida 0,1N sebanyak 10 mL, kemudian tambahkan HCl pekat sebanyak 5 mL, lalu dikocok perlahan sampai tidak ada warna coklat dari Brom. Selanjutnya secara bertahap tambahkan 10 mL larutan bromida 0,1 N sampai terbentuk warna coklat, biarkan 10 menit.
- (3) Tambahkan KI sebanyak 1 gram
- (4) Lakukan penetapan blanko seperti prosedur 1 s/d 3
- (5) Lakukan titrasi pada larutan induk dan blanko dengan larutan standar Natrium tiosulfat 0,025N, tambahkan beberapa tetes indikator amilum.
- (6) Catat volume natrium tiosulfat yang digunakan, kemudian hitung kadar fenol dalam larutan induk, dengan rumus sebagai berikut

$$\text{Kadar Fenol (mg/L)} = 7,842((A \times B) - C)$$

Keterangan:

A : Volume Natrium Tiosulfat untuk blanko

B : Volume bromat-bromida 0,1N yang ditambahkan pada larutan baku fenol dibagi 10

C : Volume natrium tiosulfat untuk titrasi larutan induk fenol

2) Membuat larutan baku Fenol 100 mg/L

Masukkan 10,0 mL larutan induk fenol ke dalam labu takar 100 mL, tambahkan *aquadest* sampai tanda tera.

3) Membuat larutan baku Fenol 1 mg/L

Pipet sebanyak 1,0 mL larutan induk 100 mg/L ke dalam labu takar 100 mL dan tambahkan *aquadest* sampai tanda tera.

4) Membuat larutan kerja fenol 0,005-0,100 mg/L dan 0,20–5,00 mg/L, dengan cara sebagai berikut:

a) Larutan kerja fenol 0,000; 0,006; 0,010; 0,020; 0,040; 0,100 mg/L. Untuk membuat larutan ini, ikuti tahapan sebagai berikut:

(1) Pipet tepat 5,0 mL larutan induk fenol, masukkan ke dalam labu takar 500 mL, kemudian tambahkan *aquadest* sampai tanda tera.

(2) Pipet tepat berbagai volume larutan kerja fenol 1 mg/L, berturut-turut 0,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 20,0 mL; 50,0 mL masukkan ke dalam labu takar 500 mL, tambahkan *aquadest* sampai tanda tera.

b) Larutan kerja fenol dengan variasi konsentrasi 0,000; 0,200; 0,800; 1,600; 3,000; 4,000; dan 5,00 mg/L

(1) Pipet tepat 0,0 mL; 1,0 mL; 4,0 mL; 8,0 mL; 15,0 mL; 20,0 mL; 25,0 mL dari larutan baku fenol 100 mg/L masing-masing volume masukkan ke dalam labu takar 500 mL.

(2) Tambahkan *aquadest* sampai tanda tera.

## 5) Membuat kurva kalibrasi

Untuk membuat kurva kalibrasi, ikuti tahapan berikut:

- a) Apabila kadar fenol antara 0,005-0,1 mg/L, buatlah kurva kalibrasi dengan tahapan sebagai berikut:
  - (1) Optimalkan alat spektrofotometer sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengujian fenol kadar rendah.
  - (2) Ukur 500 mL larutan baku secara duplo dan masukkan ke dalam gelas piala 1000 mL.
  - (3) Tambahkan 12 mL larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,5 N dan atur pH menjadi  $7,9 \pm 0,1$  dengan penambahan larutan penyangga fosfat.
  - (4) Pindahkan larutan ke dalam corong pemisah tambahkan 3,0 mL larutan aminoantipirin sambil diaduk.
  - (5) Tambahkan 3,0 mL larutan kalium ferisianida sambil diaduk, diamkan selama 3 menit sampai timbul warna kuning jernih.
  - (6) Ekstraksi dengan 25 mL kloroform dan kocok corong pemisah paling sedikit 10 kali, diamkan sampai lapisan kloroform terpisah.
  - (7) Keluarkan lapisan kloroform melalui kertas saring yang telah dilapisi dengan 5 g natrium sulfat bebas air.
  - (8) Masukkan ke dalam cuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat serapan pada panjang gelombang 460 nm.
  - (9) Apabila perbedaan hasil pengukuran secara duplo lebih besar dari 2%, periksa keadaan alat



dan ulangi pekerjaan mulai tahap 1), apabila lebih kecil atau sama dengan 2% rata-ratakan hasilnya.

(10) Buat kurva kalibrasinya.

b) Apabila kadar fenol kira-kira sebesar 0,200 – 5,000 mg/L, maka kurva kalibrasinya dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

(1) Optimalkan alat spektrofotometer sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengujian fenol kadar tinggi.

(2) Ukur 100 mL larutan baku secara duplo dan masukkan ke dalam gelas piala 250 mL.

(3) Tambahkan 2,5 mL larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,5 N dan atur pH menjadi  $7,9 \pm 0,1$  dengan penambahan larutan penyangga fosfat.

(4) Pindahkan larutan ke dalam corong pemisah tambahkan 1,0 mL larutan aminoantipirin sambil diaduk.

(5) Tambahkan 1,0 mL larutan kalium ferisianida sambil diaduk, diamkan selama 15 menit.

(6) Masukkan ke dalam cuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat absorbansinya pada panjang gelombang 500 nm.

(7) Apabila perbedaan hasil pengukuran secara duplo lebih besar dari 2%, periksa keadaan alat dan ulangi pekerjaan mulai tahap 1), apabila lebih kecil atau sama dengan 2% rata-ratakan hasilnya.

(8) Buat kurva kalibrasinya.

### **e. Prosedur Analisis Fenol Fenol dalam Air dan Air Limbah**

Dalam analisis fenol ini, anda harus mampu memperkirakan kadar fenol dalam sampel air dan air limbah. Hal ini perlu dilakukan karena terdapat perbedaan dalam tahapan analisisnya. Marilah kita pelajari tahapan masing-masing ring konsentrasi fenol dalam sampel air dan air limbah.

#### **1) Tahapan prosedur pengujian sampel air dan air limbah dengan kadar fenol sekitar 0,005-0,1mg/L sebagai berikut:**

- a) Ukur 500 mL sampel uji secara duplo dan masukkan ke dalam gelas piala 1000 mL.
- b) Tambahkan 12 mL larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,5 N dan atur pH menjadi  $7,9 \pm 0,1$  dengan penambahan larutan penyangga fosfat.
- c) Pindahkan larutan ke dalam corong pemisah tambahkan 3 mL larutan aminoantipirin sambil diaduk.
- d) Tambahkan 3 mL larutan kalium ferisianida sambil diaduk, diamkan selama 3 menit sampai timbul warna kuning jernih.
- e) Ekstraksi dengan 25,0 mL kloroform dan kocok corong pemisah paling sedikit 10 kali, diamkan sampai lapisan kloroform terpisah.
- f) Keluarkan lapisan kloroform melalui kertas saring yang telah dilapisi dengan 5 g natrium sulfat anhidrat.
- g) Masukkan ke dalam cuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat absorbansinya pada panjang gelombang 460 nm.

**2) Tahapan prosedur pengujian sampel air dan air limbah dengan kadar fenol sekitar 0,2 - 5,0mg/L sebagai berikut:**

- a) Ukur 100 mL sampel uji secara duplo dan masukkan ke dalam gelas piala 250 mL.
- b) Tambahkan 2,5 mL larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,5 N dan atur pH menjadi  $7,9 \pm 0,1$  dengan penambahan larutan penyangga fosfat.
- c) Tambahkan 1 mL larutan aminoantipirin sambil diaduk.
- d) Tambahkan 1 mL larutan kalium ferisianida sambil diaduk, diamkan selama 15 menit.
- e) Masukkan ke dalam cuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat absorbansi pada panjang gelombang 500 nm.

**f. Perhitungan kadar fenol**

Setelah mendapatkan data analisis fenol berupa absorbansi larutan standard dan absorbansi sampel air, maka kita dapat menghitung kadar fenol sampel menggunakan regresi linearnya. Dari hasil kadar sampel secara duplo, dihitung %RPD sebesar 12%. Apabila dari dua pengukuran diperoleh %RPD dibawah 12 % maka, kadar fenol sampel air adalah hasil rata-rata dari kedua pengukuran. Akan tetapi bila %RPD > 12%, maka analisis harus melakukan pengukuran lagi sampai diperoleh %RPD < 12%.

Apabila perhitungan kadar fenol menunjukkan hasil:  $0,1 \leq$  kadar fenol (mg/L)  $\leq 0,2$  maka analisis harus mengulangi prosedur analisis dengan melakukan pengenceran sampel.

## **g. Jaminan Mutu dan Pengendalian Mutu Analisis Fenol dalam Air dan Air Limbah**

Untuk menjamin mutu hasil analisis, maka terdapat beberapa hal yang harus diperhatikan, antara lain: alat-alat gelas yang digunakan bebas kontaminan, alat ukur telah dikalibrasi, dikerjakan oleh analis yang kompeten, analisis sampel tidak melebihi masa simpan 28 hari.

Pengendalian mutu analisis perlu dilakukan dengan memperhatikan: 1) linearitas kurva kalibrasi ( $r \geq 0,95$ ), 2) melakukan analisis blanko untuk control kontaminasi sampel, yang ditunjukkan dengan kadar fenol dalam blanko  $<$  batas deteksi, 3) melakukan analisis secara duplo dengan %RPD  $<$  12%.

## **C. Penutup**

### **1. Rangkuman**

Fenol merupakan senyawa kimia organik. Keberadaan fenol dalam air permukaan dapat mengganggu biota air apabila melebihi 1 mg/L. Sumber fenol dalam air sungai/waduk/danau berasal dari air limbah industri yang dibuang ke badan air. Fenol dalam air dan air limbah perlu dipantau keberadaannya dengan melakukan analisis kadar fenol di laboratorium.

Analisis fenol dapat dilakukan dengan menggunakan metode spektrofotometer pada  $\lambda$  460 atau 500 nm. Prinsip analisisnya adalah pada pH  $7,9 \pm 0,1$ , fenol dalam air bereaksi dengan 4-aminoantipirin membentuk kompleks warna merah kecoklatan dari antipirin.

Analisis dilakukan secara duplo dengan %RPD  $<$  12%. Perhitungan kadar fenol menggunakan persamaan regresi linear dengan  $r \geq 0,95$ .

## 2. Evaluasi & Kunci Jawaban

Untuk mengukur ketercapaian kompetensi anda dalam melakukan analisis fenol dalam sampel air dan air limbah industri, maka jawablah beberapa pertanyaan di bawah ini dengan tanpa melihat buku ajar:

- a. Bagaimana prinsip analisis senyawa fenol dalam air dan air limbah? Jelaskan melalui reaksi kimia
- b. Dengan menggunakan lap top, buatlah *flow chard* proses analisis fenol dari persiapan sampai diperoleh kadar fenol
- c. Berikan contoh hasil analisis kadar fenol dalam air permukaan dan air limbah industri, dengan makukan perunutan jurnal ilmiah.

## 3. Tindak Lanjut

Apabila anda telah dapat mengerjakan soal evaluasi dengan lancar dan benar, dan anda telah dapat melakukan analisis fenol dalam sampel air di laboratorium dengan lancar, maka anda telah mencapai kemampuan akhir yang diharapkan. Anda telah mampu melakukan analisis fenol dalam sampel air dengan lancer dan benar. Selanjutnya silakan anda mempelajari bab 7.

# **BAB VII.**

## **ANALISIS PARAMETER PHOSPHAT DALAM AIR DAN AIR LIMBAH**

### **A. Pendahuluan**

#### **1. Deskripsi singkat cakupan materi**

Materi yang akan anda pelajari pada bab 7 ini adalah analisis fosfat dalam air dan air limbah. Materi ini digunakan untuk membekali kompetensi anda sebagai analis atau laboran pada suatu laboratorium, yang harus mampu melakukan analisis parameter-parameter kimia dalam air dan air limbah. Untuk mengawali bab ini akan kita bahas mulai dari dasar teori analisis fosfat dalam sampel air, sumber fosfat dalam lingkungan air, baku mutu parameter phosphate dalam air dan air limbah industri. Selanjutnya masuk pada analisisnya yang meliputi tujuan dan prinsip analisis, persiapan alat dan bahan yang diperlukan untuk analisis, prosedur kerja, rumus perhitungan, jaminan mutu dan pengendalian mutu. Disamping itu, untuk memperdalam penguasaan anda, materi ini dilengkapi dengan contoh-contoh analisis.

#### **2. Kemampuan akhir yang diharapkan**

Setelah mengikuti pembelajaran ini, mahasiswa akan dapat trampil mengukur  $P-PO_4$  dalam sampel air dan air limbah secara tepat, menggunakan metode terstandar.

## **B. Penyajian**

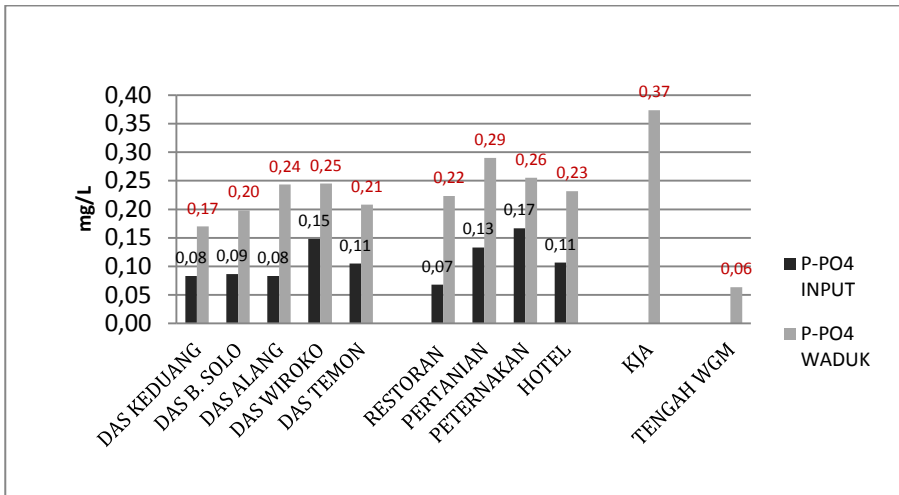
### **1. Dasar Teori Analisis Phosphat dalam Air Limbah**

Phosphat terdapat dalam air permukaan seperti sungai, waduk, danau dan laut, juga terdapat dalam air limbah kegiatan penduduk dan limbah industri. Di dalam air dan air limbah, phosphate berada dalam berbagai bentuk senyawa, yaitu sebagai senyawa ortophosphat, poliphosphat, dan phosphat organik. Ortophosphat adalah senyawa monomer seperti  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$ , dan  $\text{PO}_4^{3-}$ , sedangkan poliphosphat (*condensed phosphates*) merupakan senyawa polimer, seperti  $(\text{PO}_3)^{6-}$  (*heksametaphosphat*),  $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$  (*tripoliphosphat*) dan  $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$  (*pirophosphat*) (Alaerts & Santika, 1987). Senyawa-senyawa phosphat yang biasa dideteksi dengan cara kolorimetri tanpa hidrolisis atau oksidasi dengan pemanasan sampel disebut sebagai phosphor reaktif atau Ortophosphat

#### **a. Sumber Polutan Phosphat**

Keberadaan senyawa phosphat dalam perairan berasal dari berbagai sumber, seperti dari alam, kegiatan pertanian, perikanan dan industri. Di alam di bebatuan phosphor berada dalam bentuk ion  $\text{PO}_4^-$ . Apabila terjadi pelapukan dan erosi maka ion  $\text{PO}_4^-$  akan terbawa bersama lumpur dan air menuju sungai. Hal ini menyebabkan peningkatkan kadar P- $\text{PO}_4^-$  dalam air dan sedimen. Apabila terjadi pergolakan di dasar perairan, maka akan dapat mengangkat sedimen, sehingga kadar P- $\text{PO}_4^-$  dalam air di permukaan meningkat. Keberadaan polutan P- $\text{PO}_4^-$  di perairan waduk Gajah Mungkur Wonogiri (WGM) pada setiap titik sampling berbeda-beda, secara keseluruhan dapat kita pelajari pada Gambar 31. Sumber polutan phosphat di WGM berasal dari kegiatan masyarakat di hulu yang masuk melalui sungai pada 6 Sub DAS, yaitu Keduang, Temon, Alang, Ngungghahan, Bengawan Solo Hulu, dan Wuryantoro, dengan rata-rata polutan phosphat antara

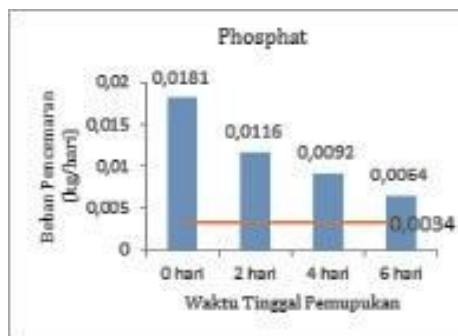
0,08 – 0,15 mg/L. Disamping itu juga mendapatkan masukan dari kegiatan di sekitar waduk, seperti restoran, pertanian dan hotel, dengan konsentrasi antara 0,07-0,17 mg/L. Kandungan phosphate di perairan WGM berkisar antara 0,06 – 0,37 mg/L. Konsentrasi terkecil di perairan WGM terdapat pada titik tengah waduk, sedangkan konsentrasi terbesar pada titik budidaya ikan karamba jarring apung (KJA) (Pujiastuti, Pranoto, & Ismail, 2013).



(Pujiastuti, Pranoto, & Ismail, 2013)

**Gambar 31 Sebaran P-PO<sub>4</sub> Perairan WGM**

Sumber polutan phosphor dari kegiatan pertanian berasal dari penggunaan pupuk oleh petani. Pupuk yang mengandung phosphor adalah pupuk superphosphat  $Ca(H_2PO_4)_2$  yang sering digunakan oleh petani, karena mempunyai sifat mudah diserap oleh tanaman (Normahani, 2015). Contoh seperti



**Gambar 4 Beban Pencemaran Phosphat dari Air Limbah Pertanian Setelah Pemupukan**



*Engkel Superphosphate* (ES) mengandung 15%  $P_2O_5$ , pupuk Double Superphosphat (DS) mengandung 30%  $P_2O_5$ , pupuk Triple Superphosphat (TSP) mengandung 45%  $P_2O_5$ , pupuk *Fused Magnesium Phosphate* (FMP), pupuk aluminium phosphate ( $AlPO_4$ ), (Normahani, 2015).

Pupuk Ponska adalah pupuk NPK yang merupakan pupuk anorganik, mengandung Phosphat ( $P_2O_5$ ) sebanyak 15% (Petrosida gresik, 2015). Kebanyakan petani di Sub DAS WGM menggunakan pupuk Phonska (Pujiastuti, Masykuri, Gunawan, & Sutarno, 2016). Pupuk yang ditebarkan ke area pertanian tidak semua terserap oleh akar tanaman, hanya 30%



yang terserap oleh tanaman, sedangkan **Gambar 33 Sumber Polutan Phosphor di dari Pakan Ikan di KJA WGM**  $\pm 70\%$  terlarut dalam air dan melimpas ke sungai sebagai polutan phosphat. Air limbah pertanian di area pertanian Wuryantoro Wonogiri, yang diteliti selama 6 hari setelah pemupukan, menunjukkan beban pencemaran yang semakin menurun, namun masih melebihi Beban pencemaran maksimalnya. Air limbah pertanian yang masuk ke sungai berpotensi menimbulkan pencemaran dari parameter phosphat (Mutiah, 2015).

Sumber phosphate perairan juga berasal dari kegiatan penduduk yang menggunakan sabun yang mengandung phosphat. Untuk dapat membersihkan kotoran dengan baik, deterjen diberi bahan pembentuk yang bersifat alkalis. Contoh bahan pembentuk yang bersifat alkalis adalah natrium tripolifosfat Industri laundry merupakan industri pencucian

yang menggunakan sabun sebagai bahan utamanya. Penggunaan sabun deterjen yang mengandung fosfat, berpotensi mencemari air sungai.

Sumber fosfat di perairan waduk dan danau berasal dari budidaya ikan menggunakan jaring apung (KJA). Penggunaan pakan ikan berupa pelet yang tidak termakan oleh ikan, akan tenggelam ke dasar waduk/danau, sehingga akan terakumulasi sebagai polutan. Beban polutan Phosphor dan Nitrogen dari sisa pakan ikan dan feses serta urin ikan di KJA WGM sebesar 18.770,4 ton/th (Pujiastuti, Masykuri, Gunawan, & Sutarno, 2016)

Feses ikan juga berperan sebagai sumber fosfat. Tingginya fosfat dalam perairan WGM dapat membahayakan kelangsungan hidup biota air dan dapat memicu terjadinya eutrofikasi.

#### **b. Baku Mutu Fosfat Air Limbah**

Senyawa fosfat merupakan polutan kimia. Keberadaannya dalam air permukaan diatur dalam Peraturan Pemerintah No 82 tahun 2001. Parameter yang diukur adalah total fosfat sebagai P.

***Tabel 19. Baku Mutu Fosfat Dalam Air Permukaan Sesuai PP 82/2001***

Parameter	satuan	Mutu Kelas Air PP 82/2001			
		Kelas 1	Kelas 2	Kelas 3	Kelas 4
Total Fosfat sebagai P	mg/L	0,2	0,2	1	5

Sedangkan baku mutu untuk air limbah industri yang mengandung fosfat, diatur dalam SK Gubernur Jateng No. 5 tahun 2012, tentang standar baku mutu limbah cair untuk kegiatan industri, seperti pada tabel berikut:

No	Nama Industri	Kadar maksimum (mg/L)	Beban Pencemaran Maksimum
1	Minyak goreng dg Proses Basah (PO <sub>4</sub> )	2	0,01 (kg/ton)
2	Minyak goreng dg Proses kering(PO <sub>4</sub> )	2	0,001 (kg/ton)
3	Sabun (PO <sub>4</sub> )	2	0,016 (kg/ton)
4	Deterjen (PO <sub>4</sub> )	2	0,002 (kg/ton)
5	Rumah Sakit (P- PO <sub>4</sub> )	2	-

## 2. Analisis Phosphat Air dan Air Limbah

Metode analisis kadar phosphat dalam air yang akan kita pelajari adalah metode standar yang diatur dalam SNI nomor 06-6989.31:2005, tentang cara uji kadar phosphate dengan spektrofotometer secara asam askorbat.

### a. Prinsip dan Tujuan Analisis Phosphat dalam Air dan Air Limbah

Analisis phosphat dalam air dan air limbah dapat dilakukan menggunakan metode asam askorbat. Senyawa ortophosphat dalam sampel air dan air limbah, dalam suasana asam akan bereaksi dengan ammonium molibdat dan kalium atimonil tartrat, membentuk asam molibdat. Selanjutnya senyawa asam molibdat akan direduksi oleh asam askorbat membentuk senyawa kompleks molibden yang berwarna biru. Absorban kompleks biru molibden dapat dibaca pada alat spektrofotometer pada  $\lambda$  880 nm.

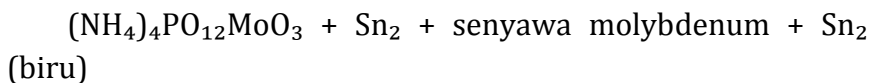
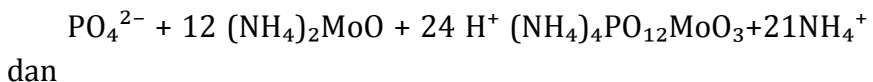
Phosphat yang berasal dari air atau limbah alami biasanya berbentuk sebagai senyawa phosphat saja. Senyawa phosphat dapat diklasifikasikan sebagai ortho phosphat, phosphat yang terkondensasi (pyro, metha, poliphosphat), dan senyawa phosphat yang terikat secara organik. Senyawa-senyawa

phosphat yang biasa dideteksi dengan cara kolorimetri tanpa hidrolisis atau oksidasi dengan pemanasan sampel disebut sebagai fosfor reaktif atau ortho phosphat.

Hidrolisis asam pada titik didih air mengubah phosphat terlarut atau phosphatpartikulat yang berkondensasi menjadi orthophosphat terlarut. Istilah phosphor yang terhidrolisis asam lebih disukai daripada phosphat terkondensasi. Fraksi-fraksisenyawa phosphat yang terkonversi menjadi ortho-phosphat hanya oleh prosesoksidasi yang destruktif dari zat-zat organik disebut sebagai phosphat organik. Ketiga bagian di atas, merupakan pembagian total phosphat secara analitik.

Metode ini menggunakan teknik oksidasi persulfat untuk membebaskan atau menetapkan phosphat organik. Metode kolorimetri yang dipergunakan adalah metode asam askorbat, ammonium molibdat dan potassium antimonil tartrat dalam media dengan orthophosphat untuk membentuk asam heteropoli-asamfosfomolibdat yang tereduksi menjadi molybdenum yang berwarna biru oleh asam askorbat.

Berikut adalah reaksi yang terjadi pada pembentukan kompleks birumolibdenum:



Metode asam askorbat dapat digunakan untuk penetapan bentuk-bentuk phosphat tertentu didalam air minum, air permukaan, air payau, air limbah rumah tangga dan limbah industri. Cara uji ini digunakan untuk penentuan kadar phosphat yang terdapat dalam air permukaan dan air limbah antara 0,01-1,0 mg/L  $\text{PO}_4^{3-}$  menggunakan metode asam

askorbat dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 880 nm (Rukaesih, 2004)

**b. Persiapan Alat dan Bahan Analisis Phosphat Dalam Air dan Air Limbah**

Sebelum melakukan analisis, anda harus mempersiapkan alat dan bahan secara profesional. Alat-alat yang harus anda persiapkan meliputi:

- 1) Spektrofotometer Uv-Vis
- 2) Timbangan analitik
- 3) Erlenmeyer 125 ml
- 4) Labu takar 100 ml, 250 ml, 1000 ml
- 5) Gelas ukur 25 ml, 50 ml
- 6) Pipet ukur 10 ml
- 7) Batu didih
- 8) Pipet volume 2 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml, 25 ml
- 9) Beaker glass 1000 ml
- 10) Pipet tetes

Sedangkan reagen kimia yang harus dipersiapkan sebelum analisis meliputi:

- 1) Larutan  $H_2SO_4$  5N, dibuat dengan cara: Siapkan labu takar 500 mL diletakkan pada penangas es, isi dengan 300 mL *aquadest*, masukkan 70 mL  $H_2SO_4$  pekat dengan hati-hati lewat dinding labu. Tambahkan *aquadests* sampai tanda tera dan homogenkan.
- 2) Menyiapkan larutan  $(K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot \frac{1}{2}H_2O)$  kalium antimonil tartrat dengan cara: menimbang 1,3715 gram kalium antimonil tartrat, dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL yang telah diisi 400 mL *aquadest*, kemudian tambahkan *aquadests* sampai tanda tera dan homogenkan.

- 3) Larutan ammonium molibdat  $((\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O})$ , dibuat dengan cara: timbang 20 gram ammonium molibdat, masukkan ke dalam labu takar 500 mL, tambahkan *aquadest* sampai tanda tera, kemudian homogenkan.
- 4) Larutan asam askorbat  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$  0,1 M. Dibuat dengan cara: Timbang 1,76 gram asam askorbat, masukkan ke dalam labu takar 100 mL, tambahkan *aquadest* sampai tanda tera, kemudian homogenkan
- 5) Larutan campuran, dibuat dengan cara: Campurkan 50 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5N, 5 mL larutan kalium antimonil tartrat, 15 mL larutan ammonium molibdat dan 30 ml larutan asam askorbat, kemudian homogenkan.

Terdapat **catatan** yang harus anda perhatikan, yaitu: a) Jika terbentuk warna biru, larutan campuran tidak dapat digunakan. b) jika terjadi kekeruhan pada larutan campuran, kocok dan biarkan beberapa menit sampai hilang kekeruhannya sebelum digunakan. c) larutan campuran ini stabil selama 4 jam

- 1) Kalium dihidrogen fosfat anhidrat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )

### c. Prosedur Analisis Phosphat dalam Air dan Air Limbah

- 1) Pembuatan Larutan Induk Phosphat 500 mg P/L
  - a) Larutkan 2,195 gram kalium dihidrogen fosfat anhidrat, ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) dengan 100 mL air suling dalam labu ukur 1000 ml
  - b) Tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan.
- 2) Pembuatan larutan baku phosphate 10 mg P/L

Larutan baku phosphat 10 mg P/L dibuat dengan mengencerkan larutan Induk Phosphat 500 mg P/L.

Caranya adalah dengan memipet 2 ml larutan induk fosfat 500 mg P/L dan masukkan ke dalam labu takar 100 ml, kemudian ditambahkan *aquadest* sampai tanda tera dan dihomogenkan.

- 3) Pembuatan larutan kerja phosphate dengan satu deret konsentrasi 0 mg P/L; 0,2 mg P/L; 0,4 mg P/L; 0,8 mg P/L dan 1,0 mg P/L.



**Gambar 5. Deretan Larutan kurva kalibrasi**

Larutan kerja phosphate dengan satu deret konsentrasi ini akan kita gunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi. Larutan ini dibuat dengan mengencerkan larutan baku phosphat 10 mg P/L. Cara kerja pembuatannya adalah sebagai berikut:

- a) Siapkan 5 labu takar 250 mL.
  - b) Pipet tepat larutan baku phosphat 10 mg P/L sebanyak 0 mL, 5 mL, 10 mL, 20 mL, 25 mL, masukkan ke dalam masing-masing labu takar
  - c) Tambahkan *aquadest* sampai tanda tera, kemudian homogenkan.
- 4) Pembuatan Kurva Kalibrasi

Setelah satu deret larutan kerja selesai disiapkan, maka langkah selanjutnya adalah membuat kurva kalibrasi. Ikuti langkah-langkah berikut (BSN, 2005):

- a) Lakukan Optimalisasi spektrofotometer sesuai dengan petunjuk alat untuk pengujian kadar fosfat
- b) Siapkan 5 buah Erlenmeyer, masing-masing masukkan 50 ml larutan kerja yang dipipet secara tepat dari deret larutan kerja.

- c) Tambahkan 1 tetes indikator fenolftalein. Jika terbentuk warna merah muda, tambahkan tetes demi tetes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5N sampai warna hilang.
  - d) Tambahkan 8 ml larutan campuran, homogenkan
  - e) Masukkan ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat absorbansinya pada 680 nm, dalam kisaran waktu antara 10 - 30 menit.
  - f) Dari data absorbansi dan konsentrasi larutan kerja, buatlah kurva kalibrasi, menggunakan program *excell*, Tentukan persamaan regresi linearnya.
- 5) Prosedur Kerja Analisis Phosphat dalam sampel air

Langkah selanjutnya adalah melakukan serangkaian prosedur kerja untuk analisis phosphate dalam sampel air dan air limbah. Prosedurnya sama dengan prosedur pembuatan kurva kalibrasi, bedanya hanya larutan kerja diganti dengan sampel air dan air limbah.



**Gambar 35. Warna Sampel + Reagen**

- a) Siapkan 2 buah Erlenmeyer. Secara duplo, pipet 50 ml sampel air dan air limbah. dan masukkan masing – masing ke dalam Erlenmeyer
- b) Tambahkan 1 tetes indikator fenolftalein. Jika terbentuk warna merah muda, tambahkan tetes demi tetes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5N sampai warna hilang.



- c) Tambahkan 8 ml larutan campuran dan dihomogenkan
- d) Masukkan ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat absorbansinya pada 880 nm dalam kisaran waktu antara 10 - 30 menit.
- e) Hitung konsentrasi fosfat dalam sampel air dengan memasukkan ke dalam persamaan regresi linear.
- f) Setelah memperoleh dua data kadar sampel dari analisis secara duplo, maka selanjutnya anda harus menghitung % RPD.
- g) Bila  $RPD \leq 5\%$ , maka dua data kadar sampel dirata-rata untuk mendapatkan kadar phosphate dalam sampel. Akan tetapi apabila  $RPD \geq 5\%$ . Maka analisis harus melakukan pengukuran selanjutnya sampai diperoleh  $RPD \leq 5\%$ .

### **c. Jaminan Mutu dan Pengendalian Mutu Analisis Phosphat dalam Air dan Air Limbah**

Bentuk jaminan mutu yang harus dilakukan oleh analisis dalam melakukan serangkaian analisis phosphate adalah sebagai berikut (BSN, 2005):

- 1) Menggunakan bahan kimia pro analysis (p.a)
- 2) Menggunakan alat gelas bebas kontaminan
- 3) Menggunakan alat ukur yang terkalibrasi
- 4) Dikerjakan oleh analisis yang kompeten
- 5) Melakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum

Sedangkan bentuk pengendalian mutu yang harus dilakukan analisis selama melakukan analisis kadar phosphate dalam sampel air dan air limbah adalah sebagai berikut:

- 1) Koefisien korelasi ( $r$ )  $\geq 0,97$  dengan intersepsi  $\leq$  batas deteksi
- 2) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi
- 3) Lakukan analisis duplo untuk ketelitian analisis
- 4) Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran (%RPD)  $\geq 5\%$  maka dilakukan pengukuran ketiga.

### 3. Contoh analisis parameter phosphate dalam sampel air dan air limbah

Contoh analisis fosfat ini, dimaksudkan untuk memperdalam ketrampilan anda dalam menganalisis fosfat dalam sampel air dan air limbah industri. Sebagai contoh akan kita lihat bagaimana menghitung data yang sudah diperoleh dari hasil laboratorium.

#### Studi kasus:

Seorang Analis bekerja di laboratorium kimia pada lab uji X, Analis tersebut mendapatkan sampel air limbah industri sabun, untuk dilakukan analisis kadar fosfatnya. Setelah dilakukan serangkaian prosedur sesuai SNI Nomor 06-6989.31:2005 dengan benar, diperoleh data sebagai berikut:

Sampel : air limbah industri sabun

Tanggal sampling : 10 Maret 2018

Pelaksana sampling : Tim sampling

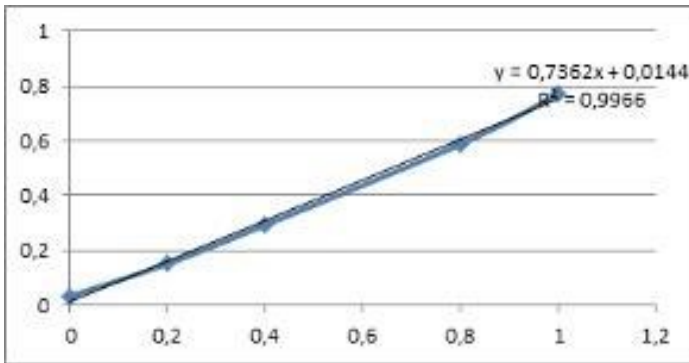
	Kadar Baku Fosfat (mg/L)	Absorbansi
Kurva kalibrasi	0	0,034
	0,2	0,153
	0,4	0,294
	0,8	0,589
	1	0,770

	Kadar Baku Fosfat (mg/L)	Absorbansi
Sampel: 25 mL sampel diencerkan sampai 500 mL.	Pengujian 1	0,537
	Pengujian 2	0,539

- Berapa kadar orthophosphate dan phosphatetotal dalam sampel air limbah industri sabun?
- Bandingkan dengan baku mutu Pergub Jateng Nomor 5 tahun 2012

**Penyelesaian perhitungan data hasil analisis:**

Dengan menggunakan program *excell*, data kadar ortophosphate dan absorbansi kurva kalibrasi, kita masukkan ke dalam program *excell*, diperoleh kurva kalibrasi dengan persamaan regresi linear sebagai berikut:



**Gambar 36 Regresi Linear Analisis Sampel Air Limbah Industri Sabun**

Persamaan regresi linear  $y = 0,7362 x + 0,0144$ , memiliki koefisien korelasi ( $r$ ) 0,9966, jadi sudah melampaui syarat penjaminan mutu sebesar  $\geq 0,97$ .

Selanjutnya berdasarkan persamaan regresi ini, anda dapat menghitung kadar phosphate dalam sampel pada pengujian 1 dan 2.

**Pengujian 1:**

Absorbansi sampel : 0,537

$$Y = 0,7362x + 0,0144$$

$$0,537 = 0,7362x + 0,0144$$

$$0,5226 = 0,7362x$$

$$X_1 = 0,7099 \text{ mg P/L}$$

Karena analisis melakukan pengenceran 10 kali terhadap sampel, maka:

$$X_2 = 0,7099 \text{ mg P/l} \times 10$$

$$= 7,0990 \text{ mg P/L}$$

**Pengujian 2:**

Absorbansi sampel : 0,539

$$Y = 0,7362x + 0,0144$$

$$0,539 = 0,7362x + 0,0144$$

$$0,5246 = 0,7362x$$

$$X_2 = 0,7126 \text{ mg P/L}$$

Karena sampel dilakukan pengenceran sebanyak 10 kali maka kadar orthopospat dihitung ulang. Maka:

$$X_2 = 0,7126 \text{ mg P/L} \times 10$$

$$= 7,1260$$

Selanjutnya anda harus menghitung besarnya % RPD

- $\%RPD = \left| \frac{(X_1 - X_2)}{\frac{X_1 + X_2}{2}} \right| \times 100\%$ 

$$= \left| \frac{(7,099 - 7,126)}{\frac{7,099 + 7,126}{2}} \right| \times 100\%$$

$$= \left| \frac{0,0270}{7,1125} \right| \times 100\%$$

$$= 0,3796 \%$$

Berdasarkan perhitungan pengujian 1 dan 2 memiliki %RPD < 5%, maka kadar ortofosfat pada limbah industri sabun adalah 7,1125 mg P/L. Hasil tersebut melebihi baku mutu limbah industri yaitu kurang dari 2 mg P/L.

## **C. Penutup**

### **1. Rangkuman**

Senyawa fosfat di dalam perairan berasal dari kegiatan masyarakat, seperti budidaya ikan dalam KJA, pertanian, limbah domestik, limbah industri sabun, dan lain-lain. Uji kadar fosfat dapat dilakukan dengan spektrofotometer secara asam askorbat

Analisis fosfat dalam air dan air limbah dapat dilakukan menggunakan metode asam askorbat. Senyawa ortofosfat dalam sampel air dan air limbah, dalam suasana asam akan bereaksi dengan amonium molibdat dan kalium atimonil tartrat, membentuk asam molibdat. Selanjutnya senyawa asam molibdat akan direduksi oleh asam askorbat membentuk senyawa kompleks molibden yang berwarna biru. Absorban kompleks biru molibden dapat dibaca pada alat spektrofotometer pada  $\lambda$  880 nm.

### **2. Evaluasi & Kunci Jawaban**

Agar ketrampilan anda meningkat, kerjakan soal pada poin evaluasi ini. Sebaiknya saat mengerjakan usahakan tidak membuka contoh cara mengerjakan analisis fosfat. Berikut soal yang harus anda kerjakan:

- a. Buatlah flow diagram analisis fosfat dalam sampel air dan air limbah
- b. Hitunglah kadar fosfat dalam sampel air waduk, jika dari analisis laboratorium diperoleh data sebagai berikut:

	Kadar Baku Fosfat (mg/L)	Absorbansi
Kurva kalibrasi	0	0,034
	0,4	0,294
	0,8	0,589
	1,2	0,770
	1,6	0,820
Sampel: 25 mL sampel diencerkan sampai 250 mL.	Pengujian 1	0,450
	Pengujian 2	0,500

### 3. Tindak Lanjut

Apabila anda telah dapat mengerjakan soal evaluasi dengan lancar dan benar, dan anda telah dapat melakukan analisis fenol dalam sampel air di labortaorium dengan lancar, maka anda telah mencapai kemampuan akhir yang diharapkan. Anda telah mampu melakukan analisis fenol dalam sampel air dengan lancar dan benar. Selanjutnya silakan anda mempelajari bab 8.



## **BAB VIII.**

# **ANALISIS PARAMETER NITROGEN(N-NH<sub>3</sub>, N-NO<sub>2</sub>, N-NO<sub>3</sub>) AIR DAN AIR LIMBAH**

### **A. Pendahuluan**

#### **1. Deskripsi singkat cakupan materi**

Pada bab ini anda akan mempelajari cara analisis parameter nitrogen dalam air, dan air limbah. Nitrogen dalam air yang dianalisis sebagai nitrit (N-NO<sub>2</sub>), nitrat (N-NO<sub>3</sub>) dan ammonia (N-NH<sub>3</sub>). Sub pokok bahasan yang akan anda dapatkan adalah sumber polutan nitrogen, proses biotransformasi nitrogen dalam air menjadi ammonia, nitrit dan nitrat. Juga akan anda pelajari tentang baku mutu nitrogen dalam air dan air limbah.

#### **2. Kemampuan akhir yang diharapkan**

Setelah mengikuti pembelajaran ini mahasiswa D3 Analis Kimia dapat trampil mengukur N-NO<sub>2</sub> air & air limbah secara tepat menggunakan metode terstandar.

### **B. Penyajian**

#### **1. Dasar Teori Analisis Nitrit dalam Air dan Air Limbah**

Polutan Nitrit dalam air merupakan senyawa antara intermediae dalam proses tranformasi senyawa amonia menjadi nitrat. Nitrit bersifat tidakstabil, segera akan berubah menjadi



nitrat oleh bantuan mikroorganisme dan oksigen, yang proses biotri disebut proses biotransformasi.

Sumber polutan nitrogen dalam air adalah dari limbah pakan ikan, limbah pertanian, industri pupuk, sistem drainase, dalam air ditemukan dalam jumlah yang sedikit, karena akan segera teroksidasi menjadi nitrat oleh peran *nitrobakte*.

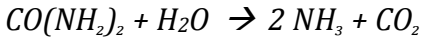
Untuk mengidentifikasi keberadaan polutan nitrit dalam air, digunakan parameter N-NO<sub>2</sub>. Metode yang digunakan untuk analisis dapat menggunakan spektrofotometri.

#### **a. Proses Biotransformasi Polutan Nitrogen Dalam Air dan Air Limbah**

Senyawa nitrogen mempunyai peran penting dalam kehidupan, merupakan salah satu nutrisi utama yang berperan dalam pertumbuhan organisme hidup. Merupakan komponen dasar protein, yang keberadaannya diperairan digunakan oleh produsen untuk memproduksi sel oleh hewan dan tumbuh-tumbuhan (Titiresmi dkk., 2006). Namun transformasi nitrogen menjadi nitrat dan nitrit berdampak negatif terhadap biota air. Nitrat dalam badan air berdampak pada peningkatan kesuburan perairan, sehingga mempercepat terjadinya eutrofikasi di waduk (Wiryanto dkk., 2012). Klorofil-a dapat digunakan sebagai salah satu indikator kesuburan perairan (Sukal dkk., 2013).

Sumber Nitrogen di perairan WGM terutama berasal dari limbah pertanian dan budidaya ikan dalam KJA (Pujiastuti dkk., 2013). Air limbah pertanian yang menggunakan pupuk anorganik, seperti NPK, Ponska, urea dll merupakan penyumbang nitrogen perairan. Pupuk nitrogen dalam air di persawahan akan terurai menjadi amonia. Hanya 30% pupuk yang terserap akar tanaman, sisanya 70% akan melimpas ke sungai dan waduk (Agustiningsih dkk., 2006). Pada musim

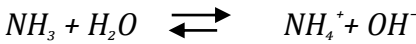
penghujan konsentrasi amonia mengalami tren tinggi, bila musim kemarau tren kecil (Xia *et al*, 2011). Contoh reaksi hidrolisis pupuk urea dalam air, sebagai berikut:



Urea

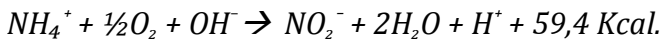
ammonia

Nitrogen amonia di lingkungan perairan berada dalam bentuk ion amonium. Hubungan diantara ke dua bentuk ini berada dalam suatu sistem keseimbangan, sebagai berikut (Titiresmi dkk., 2006) :



Transformasi nitrogen (N), merupakan proses nitrifikasi, yaitu konversi senyawa yang mengandung unsur nitrogen, menjadi berbagai macam bentuk kimiawi yang lain, seperti nitrogenamonia (N-NH<sub>3</sub>), nitrogen nitrit (N-NO<sub>2</sub>) dan nitrogennitrat (N-NO<sub>3</sub>). Transformasi ini dapat terjadi secara biologi maupun non biologis. Secara biologis transformasi terjadi karena peran bakteri disebut biotransformasi. Bakteri *Nitrosomonas sp* berperan dalam proses biologi oksidasi amonium menjadi nitrit, dan bakteri *Nitrobacter sp* berperan merubah nitrit menjadi nitrat (Saha *et al.*, 2013). Biotransformasi senyawa nitrogen amonium (N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) menjadi nitrogen nitrat (N-NO<sub>3</sub>), melalui dua tahap reaksi (Titiresmi dkk., 2006), yaitu tahap nitrifikasi dan tahap nitrasi.

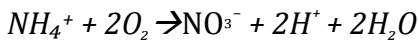
**Tahap pertama adalah nitrifikasi**, merupakan tahap oksidasi ion amonium (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) menjadi ion nitrit (NO<sub>2</sub><sup>-</sup>) oleh bakteri *Nitrosomonas sp* (Saha *et al.*, 2013), seperti *Nitrosomonas europea* (Inamori *et al.*, 1997; Titiresmi dkk., 2006), *Nitrosomonas oligocarbogenes* (Titiresmi dkk., 2006). Reaksinya sebagai berikut:



**Tahap ke dua adalahtahap nitrasi**, yaitu perubahan nitrit menjadi nitrat, oleh kelompok nitrobacter seperti *Nitrobacter agilis*(Titiresmi dkk., 2006), *Nitrobakter winogradski*(Inamori *et al.*, 1997; Titiresmi dkk., 2006), melalui reaksi berikut:



Secara keseluruhan proses nitrifikasi dijelaskan pada persamaan berikut:



### **Faktor-faktor yang mempengaruhi proses nitrifikasi**

Proses nitrifikasi merupakan proses biologis yang melibatkan bakteri aerob, pertumbuhan bakteri ini dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain: 1) **Dissolved Oxygen (DO)**, proses transformasi senyawa nitrogen dan pospor di perairan dipengaruhi oleh dinamika DO (Podgornyi *et al.*, 2013), konsentrasi DO dalam air < 2 mg/L dapat mengganggu proses nitrifikasi (Titiresmi dkk., 2006). 2) **Temperatur**, bakteri nitrosomonas bekerja optimum pada 35°C, sedangkan bakteri nitrobacter pada 35°C- 42°C. 3) **pH** optimum untuk proses nitrifikasi adalah antara 7,5 – 8,5, meskipun bakteri nitrifikasi sensitif terhadap pH, namun bakteri tsb dapat menyesuaikan pada nilai pH di luar jarak optimum. pH optimum nitrifikasi adalah 8,4, pada pH 7 efisiensi masih dapat dicapai sebesar 80% dan 90% dari laju maksimal proses nitrifikasi berlangsung pada 7,8 – 8,9, sedangkan pada pH di luar 7,0 -9,8 laju proses yang terjadi kurang dari 50%. Nitrit tidak stabil pada pH asam (Shen at al, 2003). Laju proses nitrifikasi akan menurun pada pH 6,3 – 6,7 dan pada pH 5 – 5,5 proses nitrifikasi akan berhenti (*Sykes and Skinner*, tt dalam Titiresmi dkk., 2006). 4) **Waktu detensi**, lama waktu kontak air buangan dengan mikroorganisme pengurai dalam air. Lamanya waktu detensi yang digunakan

akan mempengaruhi efektifitas proses nitrifikasi. **5) Konsentrasi nitrogen amonia**, dapat menghambat pertumbuhan bakteri nitrifikasi bila konsentrasinya lebih besar dari 750 mg/L, sedangkan konsentrasi amonia di atas 1000 mg/L akan bersifat toksik terhadap bakteri nitrifikasi (*Barness and Bliss*, 1983 dalam Titiresmi dkk., 2006).

#### **b. Baku Mutu Nitrit Air dan Air Limbah**

Pada Perda Jateng nomor 5 tahun 2012, baku mutu nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) dalam air limbah industri tidak diatur secara spesifik pada jenis industrinya. Namun pada lampiran IX Perda Jateng 5/2012 mengatur kadar maksimum  $\text{NO}_2\text{-N}$  dalam air limbah untuk usaha dan atau kegiatan yang belum ditetapkan baku mutunya. Golongan baku mutu air limbah I maksimal 1 mg/L dan golongan II maksimal 3 mg/L. Golongan I adalah syarat bagi air limbah yang dibuang ke badan penerima kelas I, II, III dan laut. Sedangkan golongan II adalah syarat bagi air limbah yang dibuang ke badan air penerima kelas IV.

Pada Peraturan Pemerintah no 82 tahun 2001 diatur batas maksimal kadar nitrit sebagai N ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) pada air permukaan (air sungai, air waduk, air danau, dll), kelas 1 sebesar 0,06 mg/L, kelas 2 maksimal 0,06 mg/L, kelas 3 maksimal 0,06 mg/L, sedang kelas 4 tidak diatur. Air kelas satu adalah air yang peruntukkannya dapat digunakan untuk baku air minum maksimal mengandung  $\text{NO}_2\text{-N}$  sebesar 0,06 mg/L. Bagi pengolahan air minum secara konvensional  $\text{NO}_2\text{-N} \leq 1$  mg/L. Air kelas dua, yaitu air yang peruntukkannya untuk sarana prasarana rekreasi, pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengairi pertanaman, maksimal kandungan  $\text{NO}_2\text{-N}$  sebesar 0,06 mg/L. Air kelas tiga yang peruntukkannya untuk budidaya ikan air tawar, air untuk mengairi pertanaman, peternakan mengandung  $\text{NO}_2\text{-N}$  maksimal 0,06 mg/L.

## 2. Analisis Nitrogen Air dan Air Limbah

Dalam air keberadaan nitrogen dapat ditelusuri melalui analisis laboratorium. Analisis dilakukan terhadap parameter amonia, nitrit dan nitrat. Pada bab ini masing-masing parameter tersebut cara analisisnya akan kita pelajari sendiri-sendiri.

**Analisis amonia ( $N-NH_3$ )** berdasarkan SNI 06-6989.30-2005(BSN, 2005), dilakukan dengan tahapan sebagai berikut: 1) 25 ml sampel air dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 100 mL, 2) Menambahkan 1 mL fenol, kemudian dihomogenkan, 3) Menambahkan 25 mL larutan pengolsidasi, kemudian dihomogenkan, 4)Erlenmeyer ditutup dengan plastik dan dibiarkan selama 1 jam sampai terbentuk warna, 5) Mengukur absorbansi pada  $\lambda$  maksimum 640,40 nm.

**Analisis nitrit ( $N-NO_2$ )** berdasarkan SNI 06-6989.9-2004 (BSN, 2004), sebagai berikut: 1) memipet 50 mL sampel dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 100 mL, 2) menambahkan 1 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan dibiarkan 2 menit sampai dengan 8 menit, 3) menambahkan 1 mL larutan NED Dihidrochlorida, dikocok dan dibiarkan selama 10 menit dan segera dilakukan pengukuran (note: pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam), 4)mengukur absorbansinya pada  $\lambda$  maksimum 541,40 nm.

**Analisis Nitrat ( $N-NO_3$ )** berdasarkan SNI 6989.79:2011 (BSN, 2011), sebagai berikut: 1) 25 mL sampel dengan pH 7-9 dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 100 mL, 2) ditambahkan 75 mL larutan  $NH_4Cl$ -EDTA pekat kemudian dihomogenkan, 3) larutan dimasukkan kolom reduksi dengan laju aliran 7-10 mL/dtk, 4) 25 mL eluat pertama di buang, eluat berikutnya ditampung dengan Erlenmeyer bersih dan kering, 5) 50 mL eluat diambil secara kuantitatif dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, ditambahkan 2 mL larutan pewarna kemudian dihomogenkan, 6) larutan diukur absorbansinya pada  $\lambda$  543 nm

**a. Analisis Amonia (N-NH<sub>3</sub>)****1) Prinsip dan Tujuan Analisis N-NH<sub>3</sub> dalam Air dan Air Limbah**

Tujuan dilakukan analisis kadar amonia dalam sampel air dan air limbah, adalah untuk mengukur kadar amonia dalam sampel air dan air limbah. Kadar yang diperoleh dibandingkan dengan baku mutu yang terkait. Kadar amonia dalam sampel air permukaan (sungai, danau atau waduk) dibandingkan dengan baku mutu air permukaan pada PP 82/2001. Sedangkan kadar air limbah industri dibandingkan dengan baku mutu pada Pergub Jateng nomor 5 tahun 2012.

Prinsip analisis ammonia dengan metode spektrofotometri ini adalah amonia akan bereaksi dengan hipoklorit dan fenol yang dikatalisis oleh natrium nitroprusida membentuk senyawa indofenol.

**2) Persiapan Alat dan Bahan Analisis N-NH<sub>3</sub> Dalam Air dan Air Limbah**

Peralatan yang harus anda persiapkan sebelum melakukan serangkaian prosedur kerja analisis ammonia, adalah sebagai berikut:

- a) Spektrofotometer Uv-Vis
- b) Timbangan analitik
- c) Erlenmeyer 50 mL
- d) Labu takar 100 mL, 500 mL, dan 1000 mL
- e) Gelas ukur 25 mL
- f) Pipet volumetrik, 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL.
- g) Pipet ukur 10 mL dan 100 mL
- h) Beker gelas 1000 mL.

Sedangkan bahan kimia atau reagen yang perlu disiapkan adalah:

- a) Amonium klorida ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )
  - b) Larutan fenol ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ ), dibuat dengan cara: larutkan 11,1 mL fenol 89% dengan alkohol 95% dalam labu takar 100 mL. kemudian tambahkan lagi alkohol 95% sampai tanda tera, homogenkan.
  - c) Natrium nitriprusida 0,5% ( $\text{C}_5\text{FeN}_8\text{Na}_2\text{O}$ ), dibuat dengan cara melarutkan 0,5 gram Na-nitroprusida dalam 100 ml *aquadest*, homogenkan. Larutan ini dapat tahan selama 1 bulan, apabila anda dapat menyimpan larutan ini dalam botol warna gelap,
  - d) Larutan alkali sitrat ( $\text{C}_9\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$ ), dibuat dengan cara melarutkan 200 gram trinitrium sitrat dan 10 gram NaOH dalam labu takar 1000 mL, tambahkan *aquadest* sampai tanda tera, dihomogenkan.
  - e) Larutan Natrium hipoklorit 5% ( $\text{NaClO}$ ), dibuat dengan cara melarutkan 5 gram Natrium hipoklorit dalam 100 mL *aquadest*.
  - f) Larutan pengoksidasi, dibuat dengan cara mencampurkan 100 mL larutan alkali sitrat dengan 25 mL natrium hipoklorit. Larutan ini harus segar, jadi Anda harus mempersiapkan larutan ini setiap kali akan melakukan analisis ammonia.
- 3) Prosedur Analisis N-NH<sub>3</sub> dalam Air dan Air Limbah
- a) Prosedur Pengambilan Sampel untuk Pengujian Kadar Amonia sesuai SNI 6989.59:2008 (BSN, 2008)
    - (1) Menyiapkan wadah plastik bermulut lebar sebagai alat pengambil sampel yang sesuai dengan keadaan air limbah pertanian.
    - (2) Membilas alat pengambil sampel dengan air limbah pertanian pada titik pertama sebanyak 3 (tiga) kali.

- (3) Mengambil sampel sebanyak 500 mL dan dimasukkan dalam penampung sementara.
- (4) Membilas alat pengambil sampel dengan air limbah pertanian pada titik kedua sebanyak 3 (tiga) kali.
- (5) Mengambil sampel sebanyak 500 mL dan dimasukkan dalam penampung sementara.
- (6) Membilas alat pengambil sampel dengan air limbah pertanian pada titik ketiga sebanyak 3 (tiga) kali.
- (7) Mengambil sampel sebanyak 500 mL dan dimasukkan dalam penampung sementara dan dihomogenkan.
- (8) Memasukkan ke dalam wadah yang sesuai peruntukan analisis.
- (9) Pengambilan sampel untuk parameter pengujian di laboratorium di awetkan dengan cara disimpan pada suhu 4°C.
- (10) Untuk sampel yang hanya terdiri dari 1 titik pengambilan sampel dilakukan dengan cara:
- (11) Menyiapkan botol plastik sebagai alat penyimpan sampel.
- (12) Membilas alat penyimpansampel dengan sampel sebanyak 3 (tiga) kali.
- (13) Mengambil sampel sebanyak 1500 mL.
- (14) Pengambilan sampel untuk parameter pengujian di laboratorium di awetkan dengan cara disimpan pada suhu  $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .



b) Analisis Amonia (SNI 06-6989.30-2005)

**(1) Penentuan Panjang Gelombang Maksimum**

- (a) Mengoptimalkan alat spektrofotometer UV-Vis sesuai dengan petunjuk alat untuk pengujian kadar amonia.
- (b) Memipet 25 mL larutan standar amonia 0,5 mg/L N-NH<sub>3</sub>, kemudian masukkan ke dalam Erlenmeyer 100 mL.
- (c) Menambahkan 1 mL larutan fenol, dihomogenkan.
- (d) Menambahkan 1 mL larutan Natrium Nitroprusida, dihomogenkan.
- (e) Menambahkan 2,5 mL larutan pengoksidasi, lalu dihomogenkan.
- (f) Menutup Erlenmeyer dengan plastik. Ditunggu sampai 1 jam untuk pembentukan warna.
- (g) Mengukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 500-700 nm.

**(2) Penentuan Operating Time**

- (a) Memipet 25 mL larutan standar amonia 0,5 mg/L N-NH<sub>3</sub>, kemudian masukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL.
- (b) Menambahkan 1 mL larutan fenol, lalu dihomogenkan.
- (c) Menambahkan 1 mL larutan Natrium Nitroprusida, dihomogenkan.
- (d) Menambahkan 2,5 mL larutan pengoksidasi, lalu dihomogenkan.
- (e) Menutup Erlenmeyer dengan plastik. Ditunggu sampai 1 jam untuk pembentukan warna.

- (f) Mengukur absorbansinya pada panjang gelombang panjang gelombang maksimum yang didapat sebelumnya pada rentang waktu 1-30 menit.
- c) Pembuatan Kurva Kalibrasi
- (1) Memipet 25 mL larutan kerja dan masukkan masing-masing ke dalam Erlenmeyer 100 mL.
  - (2) Menambahkan 1 mL larutan fenol, dihomogenkan.
  - (3) Menambahkan 1 mL larutan Natrium Nitroprusida, dihomogenkan.
  - (4) Menambahkan 2,5 mL larutan pengoksidasi, dihomogenkan.
  - (5) Menutup Erlenmeyer dengan plastik. Ditunggu sampai 1 jam untuk pembentukan warna.
  - (6) Mengukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dan operating time yang didapat pada pengukuran panjang gelombang maksimum sebelumnya.
- d) Penentuan Kadar Amonia pada Sampel
- (1) Mengambil 25 mL sampel kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL.
  - (2) Menambahkan 1 mL larutan fenol, dihomogenkan.
  - (3) Menambahkan 1 mL larutan Natrium Nitroprusida, dihomogenkan.
  - (4) Menambahkan 2,5 mL larutan pengoksidasi, lalu dihomogenkan.
  - (5) Menutup Erlenmeyer dengan plastik. Ditunggu sampai 1 jam untuk pembentukan warna.

(6) Mengukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dan operating time yang didapat pada pengukuran panjang gelombang maksimum sebelumnya

e) Menghitung Kadar Amonia

Menghitung kadar ammonia dalam sampel air dengan metode spektrofotometri, dilakukan dengan memasukkan data absorbansi sampel ke dalam persamaan regresi linear. Regresi linear didapat dari data absorbansi versus kadar larutan baku kurva kalibrasi, yang diolah dengan program *excell*. Kadar sampel yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam rumus perhitungan di bawah ini.

$$\text{Kadar Amonia (mg N/L)} = C \times fp$$

Keterangan:

C : Kadar ammonia dari hasil pengukuran sampel yang dihitung dengan regresi linear

fp : Faktor pengenceran

4) Jaminan Mutu dan Pengendalian Mutu Analisis N-NH<sub>3</sub> dalam Air dan Air Limbah

Untuk menjamin mutu hasil analisis kadar amonia dari sampel yang diperiksa, analis harus menerapkan jaminan mutu dan pengendalian mutu selama proses analisis.

Jaminan mutu yang harus dilakukan oleh analis meliputi(BSN, 2005):

- a) Bahan kimia yang digunakan harus *pro analysis*(pa)
- b) Alat-alat gelas yang digunakan harus bebas kontaminan
- c) Alat ukur yang digunakan harus terkalibrasi
- d) Analisis dikerjakan oleh analis yang kompeten

- e) Analis melakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melebihi masa simpan maksimum.

Sedangkan pengendalian mutu yang harus dilakukan oleh analis meliputi (BSN, 2005):

- a) Persamaan regresi linear dari kurva kalibrasi memiliki koefisien korelasi  $(r) \geq 0,97$  dengan intersepsi  $\leq$  batas deteksi
- b) Melakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi dari *aquadest* yang digunakan
- c) Melakukan analisis duplo untuk kontrol analisis.
- d) Selisih dua pengukuran (duplo) harus memiliki % RPD  $\leq 5\%$ . Bila melebihi, maka analis harus melakukan pengujian ulang, sampai diperoleh angka % RPD  $\leq 5\%$
- e) Apabila sampel uji mengandung angka TSS, maka sampel dapat disaring atau didestilasi
- f) Apabila sampel uji positif mengandung  $H_2S$ , maka sampel ditambah HCl sampai pH 3.

#### 5) Contoh Analisis N-NH<sub>3</sub> Pada Sampel Air

Berikut disajikan contoh perhitungan data hasil analisis, mulai dari absorbansi kurva baku, absorbansi sampel, membuat persamaan regresi linear, menghitung % RPD dan menghitung kadar ammonia dalam sampel.

Analis menerima sampel air sungai, untuk dilakukan analisis terhadap kadar amonia. Setelah melakukan analisis menggunakan metode spektrofotometri secara fenat pada panjang gelombang 640,40 nm, diperoleh data sebagai berikut:

**Data absorbansi larutan (Musdalifah, 2016):**

Standart	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
1	0,000	0,000
2	0,100	0,053
3	0,200	0,139
4	0,300	0,196
5	0,500	0,396
6	1,000	0,961
7	1,500	1,541

10 mL sampel dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, kemudian di pipet 25 mL sampel untuk dilakukan analisis sesuai peorsedur dalam SNI 06-6989.30-2005, diperoleh data absorbansi sampel:

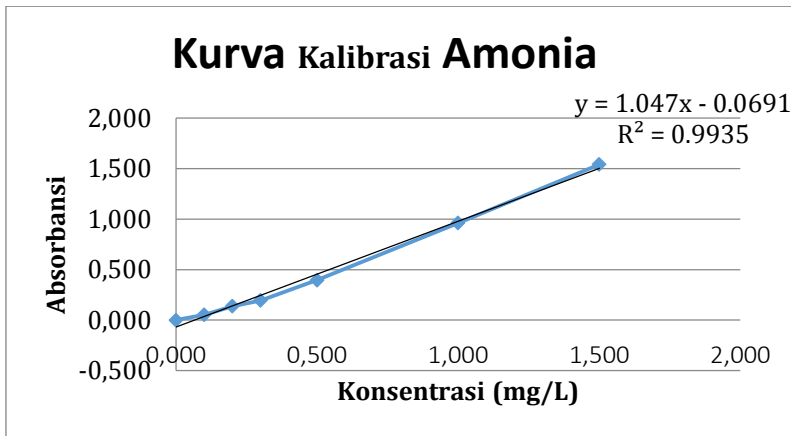
**Data absorbansi sampel (Musdalifah, 2016):**

Titik Sampling	Pengujian duplo	Absorbansi
1. Sungai bagian hulu	Pengujian ke 1	0,077
	Pengujian ke 2	0,076
2. Outlet Irigasi pertanian	Pengujian ke 1	0,199
	Pengujian ke 2	0,229
3. Pertemuan limbah pertanian dengan air sungai	Pengujian ke 1	0,343
	Pengujian ke 2	0,312
4. Sungai bagian hilir	Pengujian ke 1	0,601
	Pengujian ke 2	0,549

Soal: Hitunglah kadar ammonia masing-masing titik sampling!

**Perhitungan** berdasarkan data analisis sampel (Musdalifah, 2016):

Berdasarkan hasil perhitungan menggunakan program excel, diperoleh kurva kalibrasi dan persamaan regresi linear, disajikan pada Gambar



**Gambar 37. Kurva Kalibrasi Amonia**

Kurva kalibrasi digunakan untuk memudahkan perhitungan kadar amonia pada sampel. Dari hasil pengukuran absorbansi larutan standar amonia tersebut kemudian digunakan untuk membuat kurva kalibrasi amonia hubungan antara absorbansi yang didapat dengan konsentrasi larutan standar (mg/L N-NH<sub>3</sub>) seperti pada Gambar 37. diatas. Dari kurva kalibrasi tersebut didapatkan persamaan garis linier yaitu  $y = 1,047x - 0,0691$  dengan nilai  $R^2 = 0,9935$  dan nilai  $r = 0,9968$ . Sesuai dengan prosedur standar yang digunakan yaitu SNI 06-6989.30-2005 pada pengendalian mutu, nilai koefisien korelasi ( $r$ ) untuk persamaan kurva kalibrasi yang digunakan harus lebih besar atau sama dengan 0,97. Nilai  $r$  yang didapat pada kurva kalibrasi amonia tersebut lebih besar dari 0,97 maka kurva kalibrasi tersebut dapat digunakan untuk perhitungan kadar sampel. Semakin tinggi nilai  $r$  yang didapat (mendekati nilai 1) maka semakin kecil resiko kesalahannya (Musdalifah, 2016)

Setelah mendapatkan persamaan regresi linear, selanjutnya anda dapat menghitung kadar amonia, dengan

cara memasukan data absorbasi sampel pada persamaan regresi linear tersebut. Perhatikan contoh perhitungan kadar amonia berikut ini.

❖ **Sampel Pada Titik Sampling hulu sungai**

Diketahui hasil pembacaan absorbansi pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 640,40 nm :

Absorbansi sampel pengujian 1= 0,199

Absorbansi sampel pengujian 2= 0,229

**Pengujian I**

$$y = 1,047x - 0,069$$

$$0,199 = 1,047x - 0,069$$

$$0,199 + 0,069 = 1,047x$$

$$0,268 = 1,047x$$

$$x = \frac{0,268}{1,047}$$

$$= 0,2560 \text{ mg/L}$$

**Pengujian II**

$$y = 1,047x - 0,069$$

$$0,229 = 1,047x - 0,069$$

$$0,229 + 0,069 = 1,047x$$

$$0,298 = 1,047x$$

$$x = \frac{0,298}{1,047}$$

$$= 0,2846 \text{ mg/L}$$

Setelah anda memperoleh kadar ammonia secara duplo, yaitu data ammonia pengujian 1 dan kadar monia pengujian 2, langkah selanjutnya anda harus menghitung selisih antar 2 pengukuran tersebut dengan menghitung %RPD.

$$\%RPD = \frac{\text{kadar amonia 1} - \text{kadar amonia 2}}{(\text{kadar amonia 1} + \text{kadar amonia 2})/2} \times 100$$

$$\%RPD = \frac{[0,2560 - 0,2846]}{(0,2560 + 0,2846)/2} \times 100$$

$$\%RPD = \frac{0,0286}{0,2703} \times 100$$

$$\%RPD = 10,58$$

Pengendalian mutu analisis, maka selisih dua pengukuran (duplo) harus memiliki % RPD  $\leq$  5%. Bila melebihi, maka analisis harus melakukan pengujian ulang, sampai diperoleh angka % RPD  $\leq$  5%. Hasil perhitungan menunjukkan %RPD  $>$  5%, sehingga kadar ammonia pengujian 1 dan 2 tidak dapat dirata-rata. Maka analisis harus melakukan pengujian ke 3 dan selanjutnya sampai diperoleh %RPD  $\leq$  5%.

#### **TUGAS:**

Silakan anda teruskan menghitung kadar ammonia pada titik sampling yang lain sesuai data di atas. Buatlah ppt, kemudian presentasikan, untuk bahan diskusi. Tugas diselesaikan kelompok kecil 2 mhs/kelompok.

### **b. Analisis Nitrit (N-NO<sub>2</sub>) berdasarkan SNI 06-6989.9-2004**

#### **1) Prinsip dan Tujuan Analisis N-NO<sub>2</sub> dalam Air dan Air Limbah**

Tujuan analisis ini adalah untuk menganalisis parameter nitrit pada sampel air dan air limbah, menggunakan metode spektrofotometer.

Prinsip analisis nitrit adalah dalam suasana asam dengan pH sekitar 2,0 – 2,5 nitrit dalam sampel air akan bereaksi dengan sulfanilamide (SA) dan *N*-(1-naphthyl)

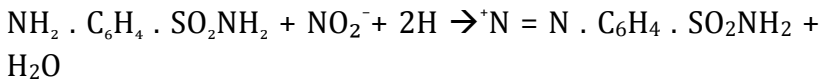


*ethylene dihydrochloride (NED dihydrochloride)*, menghasilkan warna merah keunguan dari terbentuknya senyawa azo. Menggunakan spektrofotometri pada  $\lambda$  maks 543 nm, warna merah keunguan yang terbentuk diukur absorbansinya (BSN, 2004).



**Gambar 38. sampel yang telah ditambah sarutan sulfanilamida dan NED Dihidrochlorida**

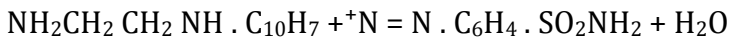
Analisis kadar nitrit dengan metode spektrofotometri sampel didiamkan kurang dari 10 menit setelah ditambahkan dengan larutan pewarna. Selain proses ini sampel akan berubah menjadi warna merah keunguan. Sebelum terbentuknya warna merah keunguan terjadi pembentukan garam diazonium yang merupakan hasil reaksi dari nitrit dan sulfanilamid seperti reaksi berikut:



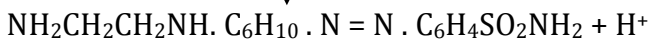
Sulfanilamida

garam diazonium

Selanjutnya pada kondisi asam pada pH 2,0 - 2,5 ion diazonium bereaksi dengan *n*-(1-naftill)-etilendiamin dihidroklorida (*NED dihidroklorida*) membentuk senyawa azo yang berwarna merah keunguan menurut reaksi berikut:



-naftill etilendiamin      garam diazonium



warna merah keunguan

## 2) Persiapan Alat dan Bahan Analisis N-NO<sub>2</sub> Dalam Air dan Air Limbah

Sebelum melakukan serangkaian analisis, maka analisis harus mempersiapkan alat dan bahan yang akan digunakan. Peralatan yang perlu dipersiapkan meliputi:

- a) Spektrofotometer UV-Vis
- b) Labu takar 50 mL, 250 mL, 500 mL dan 1000 mL
- c) Pipet volumetrik 1 mL, 2 mL, 5 mL, 10 mL, dan 50 mL.
- d) Pipet Ukur 5 mL
- e) Beker gelas 200 mL dan 400 mL
- f) Erlenmeyer 250 mL
- g) Neraca analitik

Bahan-bahan yang dibutuhkan dan harus dipersiapkan sebelum melakukan analisis, meliputi:

- a) Serbuk Natrium Nitrit (NaNO<sub>2</sub>)
- b) Air suling bebas nitrit
- c) Glass wool
- d) Kertas saring bebas nitrit berukuran pori 0,45 µm
- e) Larutan sulfanilamide (H<sub>2</sub>NC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>SO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>), dibuat dengan cara: Menimbang 5 gram sulfanilamida dilarutkan dalam campuran 300 mL aquades dan 50 mL HCl pekat dalam labu takar 500 mL, selanjutnya ditambah dengan aquades sampai tanda tera.
- f) Larutan NED Dihidroklorida, dibuat dengan cara: Menimbang 500 mg *N*-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride (*NED* Dihidroklorida) dilarutkan dalam 500 mL aquades, kemudian disimpan dalam botol gelap dan refrigerator. Anda perlu mengganti setiap bulan atau bila berwarna coklat.

g) Larutan Natrium Oksalat ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) 0,05 N, dibuat dengan cara: Menimbang 3,350 gram  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  dilarutkan dengan *aquadest* dalam labu takar 1000 mL dan ditambah *aquadest* sampai tanda tera.

Larutan Ferro Ammonium sulfat (FAS) 0,05 N, dibuat dengan cara: menimbang sebanyak 19,607 gram  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4) \cdot 2.6\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dengan aquades dalam labu takar 1000 mL, ditambahkan 20 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan ditambah *aquadest* sampai tanda tera.

h) Larutan induk Nitrit 250 mg/L  $\text{NO}_2\text{-N}$ , dibuat dengan cara: menimbang 1,232 gram  $\text{NaNO}_2$  dilarutkan dengan *aquadest* dalam labu takar 1000 mL, ditambah aquades sampai tanda tera, selanjutnya diawetkan dengan 1 mL  $\text{CHCl}_3$ .

i) Larutan kalium Permanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) 0,05 N, dibuat dengan cara: menimbang 1,6 gram  $\text{KMnO}_4$ , dilarutkan dengan aquades dalam labu takar 1000 mL, tambah aquades sampai tanda tera, kemudian dibiarkan sedikitnya 1 minggu, disaring dengan *glass wool* dan disimpan dalam botol berwarna coklat.

### 3) Prosedur Analisis N- $\text{NO}_2$ dalam Air dan Air Limbah (BSN, 2004)

a) Persiapan dan pengawetan sampel

(1) Persiapan sampel

(a) *Aquadest* disaring dengan kertas saring bebas nitrit yang berukuran pori 0,45  $\mu\text{m}$  dan hasil saringan ditampung. Larutan ini digunakan sebagai blanko penyaringan.

(b) Sampel uji disaring dengan kertas saring bebas nitrit yang berukuran pori 0,45  $\mu\text{m}$ .

(c) Sampel uji dimasukkan kedalam botol gelas berwarna gelap bebas dari kontaminan nitrit.

(2) Pengawetan sampel uji

Sampel uji disimpan pada pendingin 4°C dengan waktu simpan tidak lebih dari 48 jam.

b) Persiapan Pengujian

(1) Pembakuan larutan induk nitrit, 250 mg/L  $\text{NO}_2\text{-N}$ , dilakukan dengan cara:

(a) Memipet tepat 50 mL larutan  $\text{KMnO}_4$  0,05 N, dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL.

(b) Sebanyak 5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat ditambahkan ke dalam Erlenmeyer tersebut.

(c) Memipet tepat 50 mL larutan induk nitrit, dimasukkan ke dalam larutan  $\text{KMnO}_4$  dengan cara ujung pipet berada dibawah permukaan larutan  $\text{KMnO}_4$ .

(d) Larutan selanjutnya dihomogenkan dengan menggoyangkan secara perlahan, kemudian dipanaskan pada temperatur 70°C-80°C diatas pemanas.

(e) Tambahkan larutan natrium oksalat ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) 0,05 N sebanyak 10 mL, secara bertahap, hingga warna ungu permanganat hilang.

(f) Kelebihan natrium oksalat ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) dititrasi dengan larutan  $\text{KMnO}_4$  0,05 N sampai terbentuk warna merah muda transparan, sebagai titik akhir titrasi.

Terdapat catatan yang perlu anda perhatikan, jika anda menggunakan larutan FAS sebagai pengganti asam oksalat ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ), maka anda tidak perlu melakukan pemanasan, tetapi memerlukan waktu reaksi selama 5 menit sebelum titrasi akhir dengan  $\text{KMnO}_4$ .

**Perhitungan kandungan  $\text{NO}_2\text{-N}$  dari larutan induk**

Kandungan  $\text{NO}_2\text{-N}$  dihitung dalam larutan induk dengan rumus berikut :

$$C = \frac{[(V_1 \times N_1) - (V_2 \times N_2)] \times 7}{V_3}$$

Keterangan:

C : Kadar  $\text{NO}_2\text{-N}$  dalam larutan induk mg/mL  $\text{NO}_2\text{-N}$

$V_1$ : Volume  $\text{KMnO}_4$  yang digunakan

$N_1$ : normalitas larutan  $\text{KMnO}_4$

$V_2$ : volume(mL) total  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  atau mL total larutan FAS

$N_2$ : normalitas  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  (atau larutan FAS)

$V_3$ : Volume (mL) larutan induk yang diambil (dititer)

(2) Pembakuan larutan  $\text{KMnO}_4$  0,05 N

Larutan  $\text{KMnO}_4$  yang telah dibuat dengan konsentrasi 0,05N, perlu dibakukan, dengan cara sebagai berikut:

- (a)  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  anhidrat ditimbang sebanyak 100-200 mg dan dimasukkan ke dalam beker gelas 400 mL

- (b) Pipet 100 mL *aquadest* ditambahkan kedalam beker gelas dan diaduk sampai larut
- (c) Pipet 10 mL  $H_2SO_4$  1:1 ditambahkan dalam beker gelas tersebut.
- (d) Campuran dipanaskan sampai temperatur  $90^\circ C - 95^\circ C$
- (e) Larutan selanjutnya dititrasi dengan larutan  $KMnO_4$  sampai warna merah muda (selama titrasi temperatur dijaga tidak kurang dari  $85^\circ C$ )
- (f) Melakukan langkah pada butir c sampai e terhadap *aquadest* sebagai blanko
- (g) Normalitas  $KMnO_4$  dihitung dengan rumus :

$$\text{Normalitas } KMnO_4 = \frac{W}{(A-B)(0,33505)}$$

Keterangan:

W : berat  $Na_2C_2O_4$  (g)

A : volume larutan  $KMnO_4$  untuk titrasi  $Na_2C_2O_4$  (mL)

B : volume larutan  $KMnO_4$  untuk titrasi blanko (mL)

(3) Pembuatan larutan Intermedia Nitrit, 50 mg/L  $NO_2-N$

(a) Volume larutan induk nitrit,  $NO_2-N$  dihitung untuk membuat 250 mL larutan intermedia nitrit 50 mg/L  $NO_2-N$ .

(b) Larutan intermedia disiapkan setiap akan digunakan.

(c) Larutan intermedia dihitung dengan rumus adalah sebagai berikut:

$$(D) \times (C) = (250) \times (50)$$

Dengan pengertian:

C adalah kadar  $\text{NO}_2\text{-N}$  dalam larutan induk

D adalah volume larutan induk nitrit yang diperlukan untuk membuat 250 mL, 50 mL  $\text{NO}_2\text{-N}$

- (4) Pembuatan larutan baku nitrit 0,50 mg/L  $\text{NO}_2\text{-N}$ 
  - (a) 10 mL larutan intermedia diencerkan dengan *aquadest* sampai volume 1000 mL
  - (b) Larutan dipersiapkan setiap hari atau setiap akan digunakan.
- (5) Pembuatan larutan kerja Nitrit
  - (a) 0,0 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 15,0 mL; dan 20,0 mL larutan baku nitrit (0,50 mg/L) masing – masing dipipet kedalam labu ukur 50 mL.
  - (b) *Aquades* ditambahkan sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh kadar nitrit  $\text{NO}_2\text{-N}$  0,00 mg/L; 0,01 mg/L; 0,02 mg/L; 0,05 mg/L; 0,10 mg/L; 0,15 mg/L dan 0,20 mg/L
- (6) Pembuatan kurva kalibrasi
  - (a) Spektrofotometer dioptimalkan sesuai petunjuk penggunaan alat.
  - (b) Masing-masing 50 mL larutan kerja ditambahkan 1 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan dibiarkan 2 menit sampai dengan 8 menit
  - (c) 1 mL larutan NED Dihidroklorida ditambahkan, kemudian dikocok dan dibiarkan selama 10 menit dan segera dilakukan pengukuran absorbansi (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam).

- (d) Masing-masing absorbansi dibaca pada panjang gelombang 543 nm.
  - (e) Membuat kurva kalibrasinya.
- c) Penetapan kadar nitrit pada sampel
- (a) 50 mL sampel uji dipipet dan dimasukkan ke dalam gelas piala 200 mL.
  - (b) 50 mL sampel uji ditambahkan 1 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan dibiarkan 2 menit sampai dengan 8 menit
  - (c) 1 mL larutan NED dihidroklorida ditambahkan kemudian dikocok dan dibiarkan selama 10 menit dan segera lakukan pengukuran absorbansi (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam).
  - (d) Sampel uji dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm
  - (e) Hitung kadar nitrit dengan menggunakan kurva kalibrasi. Bila tidak melakukan pengenceran sampel, maka kadar nitrit adalah hasil perhitungan konsentrasi sampel pada kurva kalibrasi. Namun apabila melakukan pengenceran sampel, maka anda tinggal mengalikan hasil perhitungan berdasarkan kurva kalibrasi dengan faktor pengenceran.

#### **4) Jaminan Mutu dan Pengendalian Mutu Analisis N-NO<sub>2</sub> dalam Air dan Air Limbah**

Untuk menjamin mutu hasil analisis kadar nitrit dari sampel yang diperiksa, analis harus menerapkan jaminan mutu dan pengendalian mutu selama proses analisis.



Jaminan mutu yang harus dilakukan oleh analis meliputi (BSN, 2004):

- a) Bahan kimia yang digunakan harus *pro analysis* (pa)
- b) Alat-alat gelas yang digunakan harus bebas kontaminan
- c) Alat ukur yang digunakan harus terkalibrasi
- d) Analisis dikerjakan oleh analis yang kompeten
- e) Analis melakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melebihi masa simpan maksimum 48 jam.

Sedangkan pengendalian mutu yang harus dilakukan oleh analis meliputi (BSN, 2005):

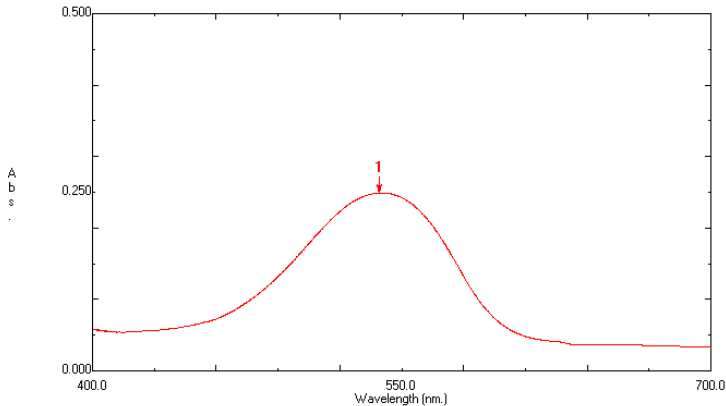
- a) Persamaan regresi linear dari kurva kalibrasi memiliki linearitas kurva kalibrasi ( $r \geq 0,99$  dengan intersepsi  $\leq$  batas deteksi
- b) Melakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi dari *aquadest* yang digunakan
- c) Melakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis. Selisih dua pengukuran (duplo) harus memiliki  $\% \text{RPD} \leq 5\%$ . Bila melebihi, maka analis harus melakukan pengujian ulang, sampai diperoleh angka  $\% \text{RPD} \leq 5\%$

### **5) Contoh Analisis N-NO<sub>2</sub> Pada Sampel Air**

Berikut diberikan contoh perhitungan N-NO<sub>2</sub> pada air sampel untuk memperdalam penguasaan ketrampilan analisis nitrit dalam sampel air dan air limbah.

#### **Hasil pengukuran panjang gelombang maksimal**

Berikut gambar hasil pengukuran panjang gelombang maksimal nitrit (Musdalifah, 2016).

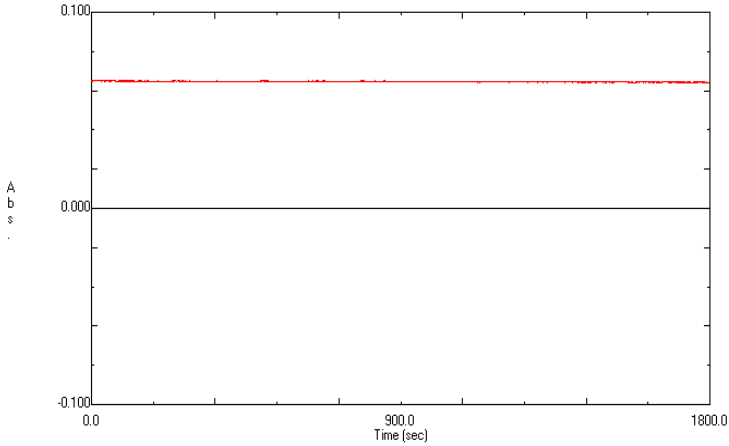


**Gambar 39. Kurva Panjang Gelombang Maksimal Nitrit**

Dari data yang telah disajikan pada Gambar 39, dapat diketahui bahwa pada pengukuran panjang gelombang maksimum larutan standar nitrit menghasilkan  $\lambda$  maks 541,4 nm. Karena pada panjang gelombang tersebut dihasilkan absorbansi paling besar diantara panjang gelombang yang lainnya.

### **Hasil pengukuran *operating time***

Pengukuran *operating time* dilakukan dalam rentang waktu 1 sampai 30 menit. Pada Gambar 40. menunjukkan data kurva yang dihasilkan pada pengukuran *operating time* larutan standar nitrit tidak dihasilkan puncak, karena kurva menghasilkan garis linier. Artinya dapat pereaksi yang digunakan setelah direaksikan dengan larutan nitrit sesuai dengan SNI 06-6989.9-2004 akan menghasilkan warna yang stabil dari menit 1-30.



**Gambar 40. Operating Time Pengukuran Nitrit**

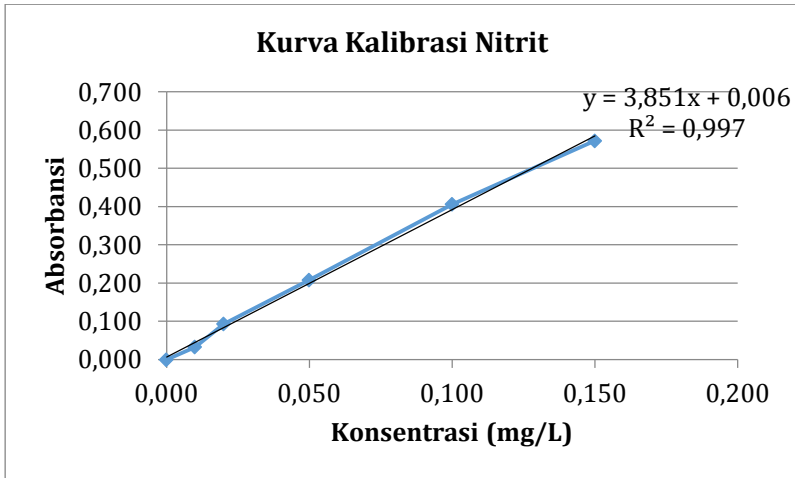
Hasil pembacaan absorbansi larutan seri kurva standar nitrit pada panjang gelombang maksimal dan pada operating timenya.

**Tabel 20. Data Absorbansi larutan standar nitrit**

Standar	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
1	0,000	0,000
2	0,010	0,033
3	0,020	0,093
4	0,050	0,208
5	0,100	0,406
6	0,150	0,572

Sumber (Musdalifah, 2016)

Data tersebut kemudian dimasukkan ke dalam program excel untuk memperoleh persamaan regresi linear dan gambarnya serta koefisien korelasinya, diperoleh hasil hasil sebagai berikut (Musdalifah, 2016):



**Gambar 41. Kurva Kalibrasi dan Regresi Linear Larutan Standar Nitrit**

Pada kurva kalibrasi larutan standar nitrit pada **Gambar ...** tersebut memiliki persamaan regresi linier  $y = 3,851x + 0,006$  dengan nilai  $R^2 = 0,997$  dan nilai  $r = 0,99849887$ . Sesuai hasil tersebut maka nilai  $r$  yang didapat lebih besar dari 0,99 yang disyaratkan oleh SNI, maka kurva kalibrasi tersebut dapat digunakan untuk membantu perhitungan kadar sampel.

Perhitungan kadar sampel, bila absorbansi sampel yang dianalisis secara duplo diperoleh data sebagai berikut (Musdalifah, 2016):

**Tabel 21. Data Absorbansi Sampel**

Titik Sampling	Pengujian duplo	Absorbansi
1. Sungai bagian hulu	Pengujian ke 1	0,505
	Pengujian ke 2	0,507
2. Outlet Irigasi pertanian	Pengujian ke 1	0,247
	Pengujian ke 2	0,250
3. Pertemuan limbah	Pengujian ke 1	0,508

Titik Sampling	Pengujian duplo	Absorbansi
pertanian dengan air sungai	Pengujian ke 2	0,512
4. Sungai bagian hilir	Pengujian ke 1	0,536
	Pengujian ke 2	0,540

Selanjutnya anda tinggal memasukkan data absorbansi sampel ke dalam rumus persamaan regresi linear, maka anda akan mendapatkan kadar sampel masing-masing titik. Selanjutnya anda perlu menghitung %RPD tiap titik sampling, bila diperoleh %RPD  $\leq$  5%, maka anda tinggal melakukan rata-rata terhadap kadar dari pengujian 1 dan kadar dari pengujian 2 pada tiap titik sampling. Namun, apabila %RPD > 5% maka anda sebagai analis harus melakukan pengujian lagi sampai memenuhi syarat analisis duplo.

Marilah kita hitung kadar nitrit sampel pada titik sampling 1.

Sampel Pada Titik Sampling 1, sebelum pertemuan antara air outlet pertanian dengan air sungai

Diketahui:

Absorbansi sampel = 0,505

Absorbansi sampel = 0,507

Pengujian I

$$y = 3,851x + 0,006$$

$$0,505 = 3,851x + 0,006$$

$$0,505 - 0,006 = 3,851x$$

$$0,499 = 3,851x$$

$$x = \frac{0,499}{3,851}$$

$$= 0,1296 \text{ mg/L}$$

Ulangan II

$$\begin{aligned}
 y &= 3,851x + 0,006 \\
 0,507 &= 3,851x + 0,006 \\
 0,507 - 0,006 &= 3,851x \\
 0,501 &= 3,851x \\
 x &= \frac{0,501}{3,851} \\
 &= 0,1301 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

Selanjutnya anda hitung % RPDnya:

$$\begin{aligned}
 \%RPD &= \frac{0,1301 - 0,1296}{(0,1301 + 0,1296)/2} \times 100 \\
 \%RPD &= 0,38\%
 \end{aligned}$$

Karena %RPD < 5%, maka kedua hasil pengujian dapat dirata-rata.

$$\text{kadar } NO_2 - N = \frac{0,1301 + 0,1296}{2}$$

$$\text{kadar } NO_2 - N = 0,1299 \text{ mg/L}$$

Jadi kadar nitrit sampel air pada titik sampling 1 adalah sebesar 0,1299 mg/L.

### **Tugas:**

Kerjakan seperti contoh untuk titik sampling 2, 3 dan 4

Jawaban diemailkan ke [peni.usb@gmail.com](mailto:peni.usb@gmail.com) maksimal 1 hari sebelum pertemuan berikutnya.

## **C. Penutup**

### **1. Rangkuman**

Nitrogen dari sumber pencemar seperti air limbah pertanian, limbah domestik, dll, apabila masuk ke dalam air akan mengalami biotransformasi menjadi amonia, nitrit dan nitrat. Keberadaan polutan nitrogen di dalam air dapat ditelusuri melalui analisis

laboratorium, dengan menguji sampel air terhadap parameter amonia ( $\text{N-NH}_3$ ), nitrit ( $\text{N-NO}_2$ ) dan nitrat ( $\text{N-NO}_3$ ). Terdapat perbedaan cara analisis masing-masing parameter tersebut, namun dapat menggunakan spektrofotometer.

Analisis amonia ( $\text{N-NH}_3$ ) dalam air menggunakan metode analisis berdasarkan SNI 06-6989.30-2005, prinsip analisisnya adalah amonia akan bereaksi dengan hipoklorit dan fenol yang dikatalisis oleh natrium nitroprusida membentuk senyawa indofenol, diperiksa absorbansinya pada panjang gelombang 640 nm.

Analisis nitrit ( $\text{N-NO}_2$ ) dalam air berdasarkan SNI 06-6989.9-2004. Prinsip analisis nitrit adalah dalam suasana asam dengan pH sekitar 2,0 – 2,5 nitrit dalam sampel air akan bereaksi dengan sulfanilamide (SA) dan *N-(1-naphthyl) ethylene dihydrochloride (NED dihydrochloride)*, menghasilkan warna merah keunguan dari terbentuknya senyawa azo. Menggunakan spektrofotometri pada  $\lambda$  maks 543 nm, warna merah keunguan yang terbentuk diukur absorbansinya

Berdasarkan metode spektrofotometri, kadar nitrogen dalam sampel dihitung dengan memasukkan absorbansi sampel ke dalam persamaan regresi linear larutan standard. Kadar yang diperoleh merupakan kadar polutan nitrogen sebagai amonia, nitrit atau nitrat. Untuk menjamin proses analisis dan validitas data, maka pengukuran sampel uji dilakukan secara duplo, dengan  $\% \text{RPD} \leq 5\%$ .

## 2. Evaluasi & Kunci Jawaban

Silakan anda kerjakan soal dibawah ini dengan tanpa melihat contoh perhitungan pada halaman sebelumnya.

### Studi kasus:

Seorang analis mendapatkan tugas untuk melakukan analisis kadar amonia dalam sampel air. Setelah dilakukan analisis diperoleh data sebagai berikut:

## a. Data absorbansi larutan standar

Standart	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
1	0,000	0,000
2	0,100	0,053
3	0,200	0,139
4	0,300	0,196
5	0,500	0,396
6	1,000	0,961
7	1,500	1,541

- b. Untuk melakukan analisis terhadap sampel air, analisis melakukan pemipetan terhadap 25 mL sampel air, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 250 mL. Selanjutnya dipipet 25 mL untuk dilakukan analisis amonia sesuai metode SNI 06-6989.30-2005. Diperoleh data absorbansi sampel pada pengujian 1 sebesar 0,850 dan pada pengujian ke 2 sebesar 0,910.

**Pertanyaan:**

- Hitunglah kadar ammonia dalam sampel, jangan lupa untuk menghitung % RPD terlebih dahulu.
- Bandingkan hasil analisis dengan baku mutu kualitas air kelas 2 pada PP 82/2001.
- Buatkan secara flow diagram prosedur analisis, mulai dari persiapan sampel sampai perhitungan.

**3. Tindak Lanjut**

Apabila anda sudah menyelesaikan semua tugas di atas serta telah mengerjakan studi kasus untuk latihan, dan jawaban anda tepat, maka anda telah memiliki kemampuan dalam melakukan analisis polutan nitrogen dalam sampel air .



## DAFTAR PUSTAKA

- Alaerts, G., & Santika, S. S. (1987). *Metode Penelitian Air*. Surabaya Indonesia: Usaha Nasional.
- BSN. (2004). Cara Uji Kadar Fenol Secara Spektrofotometri. Dalam B. S. Nasional, *Standar Nasional Indonesai 06-6989.2-2004 tentang Analisis Air dan Air Limbah*. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- BSN. (2004). Air dan air limbah-Bagian 14: Cara uji oksigen terlarut secara yodometri (metode azida). Dalam BSN, *Standar Nasional Indonesia Nomor 06-6989.14-2004 Cara uji oksigen terlarut secara yodometri (modifikasi azida)*. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- BSN. (2004). Cara Uji Derajat Keasaman (pH) dengan Menggunakan Alat pH Meter. Dalam BSN, *Standar Nasional Indonesia 06-6989.11-2004 tentang Air dan Air Limbah*. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- BSN. (2004). Cara Uji Nitrit (NO<sub>2</sub>-N) Secara Spektrofotometri, SNI 06-6989.9-2004. Dalam BSN, *Air dan Air Limbah-Bagian 9*. Badan Standarisasi Nasional.
- BSN. (2004). Cara Uji Nitrit (NO<sub>2</sub>-N) Secara Spketrofotometri. Dalam BSN, *SNI 06-6989.9-2004, Air dan Air Limbah-Bagian 9*: . Badan Stadarisasi Nasional.
- BSN. (2004). Cara Uji Padatan Tersuspensi Total (Total Suspended Solid, TSS) Secara Gravimetri. Dalam BSN, *Standarisasi Nasional Indonesia 06-6989.3-2004 tentang Air dan Air Limbah-Bagian 3*. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.

- BSN. (2005). Cara Uji Kadar Amonia dengan Spektrofotometer secara Fenat. Dalam BSN, *SNI 06-6989.30-2005. Air dan Air Limbah-Bagian 30*. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- BSN. (2005). Cara Uji Kadar Fosfat dengan Spektrofotometer secara Asam Askorbat. Dalam BSN, *SNI Jika air lingkungan tidak mengalir dengan lancar, maka tumbuhan dan hStandar Nasional Indonesia Nomor 06-6889-31-2005 Air dan Air Limbah-bagian 31*. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- BSN. (2005). Standar Nasional Indonesia 06-6989.23:2005. Dalam S. N.-6. Limbah, *Cara Uji Suhu dengan Termometer*. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- BSN. (2008). Metode pengambilan contoh air limbah. Dalam BSN, *Standar Nasional Indonesia, SNI nomor 6989.59:2008*. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- BSN. (2009). Cara Uji Kebutuhan Oksigen Biokimia (Biochemical Oxygen Demand/BOD). Dalam BSN, *Standar Nasional Indonesia Nomor 6989.72:2009, Air dan Air Limbah-Bagian 72*. Jakarta: Badan Standarisasi Indonesia.
- BSN. (2009). Cara Uji Kebutuhan Oksigen Kimiawi (Chemical Oxygen Demand/COD) dengan Refluks Tertutup secara Spektrofotometri. Dalam BSN, *Standar Nasional Indonesia 6989.2:2009 tentang Air dan Air Limbah-Bagian 73*. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- BSN. (2009). Cara Uji krom (Cr) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-tungku karbon. Dalam BSN, *Standar Nasional Indonesia nomor 6989.65:2009, Air dan Air limbah-Bagian 65*. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- BSN. (2009). SNI Nomor 6989.73:2009 Cara Uji Kebutuhan Oksigen Kimiawi (Chmecal Oxygen Demand/COD)

- dengan Refluk Tertutup Secara Titrimetri . Dalam BSN, *Air dan Air Limbah, Bagian 73*. Jakarta: BSN.
- BSN. (2011). Cara Uji Warna Secara Spektrofotometer. Dalam BSN, *Standar Nasional Indonesia 6989:2011 tentang Air dan Air Limbah* . Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- BSN. (2011). Cara Uji Minyak Nabati dan Minyak Mineral Secara Gravimetri. Dalam BSN, *SNI 6989.10.2011: Air dan Air Limbah-Bagian 10*. Jakarta: BSN.
- BSN. (2011). Cara Uji Nitrat (NO<sub>3</sub>-N) dengan Spketrofotometer UV-Vis Secara Reduksi Cadmium. Dalam BSN, *SNI 6989.79:2011, Air dan Air Limbah-Bagian 79: .* Badan Standarisasi Indonesia.
- Leba, M. A. (2017). Toksisitas Senyawa Fenol Terhadap Kelangsungan Hidup Ikan Mas (*Cyprinus Carpio*). *Vol 1, No 2*.
- Lestari, I. (2017). *Komparasi Metode Titrimetri dengan Spektrofotometri Uv-Vis Pada Analisis COD Output IPAL Domestik Berdasarkan Linearitas, Akurasi dan Presisi*. Surakarta: Fakultas Teknik Universitas Setia Budi.
- Menkes RI. (2010, April 19). Persyaratan Kualitas Air Minum. *Permenkes Nomor 492/Menkes/Per/IV/2010 tentang Persyaratan Kualitas Air Minum nomor .* Jakarta, Indonesia: Kementerian Kesehatan Republik Indonesia.
- MenLH. (2003, Juli 10). Pedoman Penentuan Status Mutu Air. *Keputusan Menteri Lingkungan Hidup Nomor 115 tahun 2003 tentang Pedoman Penentuan Status Mutu Air*. Jakarta, Jakarta, Indonesia: Kemeterian Lingkungan Hidup.
- Menteri Lingkungan Hidup dan Kehutanan. (2016, Agustus 1). Baku Mutu Limbah Domestik. *Kepmen Kepmenlh Nomor*

- P.68/Menlhk/Setjen/Kum.1/8/2016*. Jakarta, Indonesia: Menteri Lingkungan Hidup dan Kehutanan.
- Musdalifah, F. (2016). *Peran Bakteri Nitrosomonas sp Dalam Proses Biotransformasi Amonia menjadi Nitrit di Airlimbah Pertanian Pada Air Sungai Keduang*. Surakarta: Prodi Analis Kimia USB.
- Mutiah, S. (2015). *Analisis Parameter Nitrit, Nitrat, Amonia, Phosphat Pada Air Limbah Pertanian Dusun Bendungan, Genuk Harjo, Wuryantoro, Wonogiri*. Surakarta: Perpustakaan USB.
- Normahani. (2015, Mei 17). *Balitra Balai Penelitian Pertanian Lahan Rawa*. Dipetik Mei 17, 2015, dari Balitra.litbang pertanian.go.id: Balitra.litbang.pertanian.go.id
- Pemerintah Republik Indonesia. (2001, Desember 14). Peraturan Pemerintah Nomor 82 tahun 2001. *Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air*. Jakarta, DKI Jakarta, Indonesia: Pemerintah Republik Indonesia.
- Petrosida gresik. (2015). *Petrosida Gresik*. Diambil kembali dari Petrosida Gresik: <http://www.petrodisa-gresik.com>
- Pujiastuti, P., Ismail, B., & Pranoto. (2011). *Pemodelan Sistem Pengendalian Pencemaran Perairan WGM Wonogiri*. Surakarta: Perpustakaan USB.
- Pujiastuti, P., Masykuri, M., Gunawan, T., & Sutarno. (2016). *Pengendalian Pencemaran Waduk Gajah Mungkur Wonogiri*. Surakarta: Pascasarjana UNS.
- Pujiastuti, P., Pranoto, & Ismail, B. (2013). Kualitas Beban Pencemaran Perairan Waduk Gajah Mungkur. *Jurnal EKOSAINS*, 59-75.

- Pujiastuti, P., Pranoto, & Ismail, B. (2013). Model Control of Water Quality Decrease Gajah Mungkur Reservoir with Dynamics System Approach. *Conference on Sustainable Agricultural and Environmental* (hal. 309). Surakarta: Pascasarjana Ilmu Lingkungan UNS.
- Pujiastuti, P., Putri, R. J., & Narimo. (2018). Biotransformation Studies of Agricultural Nitrogen Pollutans in Keduang Watershed. *Journal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri*.
- Pujiastuti, P., Sutarno, Gunawan, T., & Masykuri, M. (2016). The Bio-effect of Heavy Metals Contaminants in Gajah Mungkur Reservoir Sediments. *International Journal of Applied Environmental Science*, 229-244.
- Wardana, W. A. (2001). *Dampak Pencemaran Lingkungan*. Yogyakarta: Andi.

## GLOSARI

Biotransformasi	<i>Perubahan bentuk senyawa oleh peran mikroorganisme</i>	N-NO <sub>3</sub>	Nitrogen-Nitrat
BOD	<i>Biological Oxygen Demand</i>	N-NH <sub>3</sub>	Nitrogen-amonia
BKM	Baku Mutu yang ditetapkan oleh pemerintah	P-PO <sub>4</sub>	Polutan phosphor sebagai phosphat
COD	<i>Chemical Oxygen Demand</i>	ppm	Part per million
DAS	Daerah Aliran Sungai	Pt-Co	Platinum-Cobalt, standar warna
DO	<i>Dissolve Oxygen</i> , Oksigen terlarut	<i>sediment</i>	Padatan terendap
DTA	Daerah tangkapan air	<i>Suspended Solid/SS</i>	Padatan tersuspeni
Eutrofikasi	Pengayaan unsur hara pada wilayah perairan	<i>true color</i>	<i>pengukuran</i> Warna sebenarnya
IPAL	Instalasi Pengolahan Air Limbah	TSS	<i>Total Suspended Solid</i>
KJA	Karamba Jaring Apung	Urea	Pupuk anorganik CO(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>
		WGM	Waduk Gajah Mungkur



# ANALISIS AIR DAN LIMBAH



Dr. Dra. Peni Pujiastuti, M.Si., lahir di Wonogiri Jawa Tengah, pada 13 November 1964. Meraih gelar Sarjana Pendidikan Kimia pada tahun 1986, Magister bidang Ilmu Lingkungan pada tahun 2003, dan Doktor bidang Ilmu Lingkungan pada tahun 2016, di Universitas Sebelas Maret Surakarta.

Sejak tahun 1987 sampai sekarang menjadi tenaga pendidik pada program studi Analisis Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Setia Budi Surakarta, dengan jabatan fungsional Lektor Kepala. Mata kuliah yang diampu adalah kimia organik, kimia lingkungan, Analisis Air dan Air Limbah Cair, Sistem Pemastian mutu, Teknik Sampling dan Analisis Toksin. Bidang yang ditekuni adalah Sumber Daya Air Tawar.



Sebelas Maret University Press  
Jl. Ir. Sutami 36 A, Kentingan, Surakarta 57126  
Telp. (0271) 646994 Psw.341  
[www.unspress.uns.ac.id](http://www.unspress.uns.ac.id)

