

## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1. Persiapan Sampel

1. Sampel diambil dari perusahaan tahu "sukses" Semarang
2. Jumlah karyawan yang ada 30 orang
3. kapasitas rata-rata 90 s/d 100 kg kedelai per hari.
4. a. Kebutuhan air atau cairan yang dikeluarkan kira-kira 600 liter air per 100 kg kedelai.  
b. Limbah ini dikeluarkan mulai pukul 07.00 sampai 15.00 atau selama 8 jam.
5. Pengambilan sampel :  
Sampel diambil dari air buangan bekas perendaman kedelai, pencucian kedelai, penyaringan sari pati kedelai, pencetakan tahu, kemudian dicampur menjadi satu.

### 3.2. Variabel Penelitian

Dalam penelitian ini variabel-variabel yang digunakan:

1. Variabel tetap :
  - a. Jenis limbah.
  - b. Volume sampel.
2. Variabel berubah :
  - a. Jenis koagulan.
  - b. Konsentrasi koagulan.

### 3.3. Parameter Penelitian

Parameter yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. COD ( Chemical Oxygen Demand )
2. pH
3. TSS ( Total suspended Solid )
4. Kadar protein

### 3.4. Alat Dan Bahan

#### 3.4.1. Bahan yang digunakan:

1. sampel limbah tahu.
2.  $H_2SO_4$  pekat.
3. Kapur (  $Ca(OH)_2$  ).
4. Flokulan.
5.  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18 H_2O$ .
6.  $FeSO_4 \cdot 7 H_2O$
7.  $K_2Cr_2O_7$  0,25 N
8.  $Hg_2SO_4$
9.  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6 H_2O$
10. Fenantrolin monohidrat.
11.  $H_3PO_4$
12.  $Ag_2SO_4$
13. Aquadest.
14. K. oksalat.
15. Phenolphtalein.
16. NaOH.
17. Larutan formaldehid.

18. Etanol.
19.  $Al_8(OH)_2OCl_4$  ( PAC = Poli Aluminium Clorida )
20. Pereaksi asam sulfat.
21. Indikator ferroin
22. Indikator pp

#### 3.4.2. Alat yang digunakan :

1. Satu set alat refluks
2. pH meter
3. Erlenmeyer
4. Beaker glass
5. Gelas ukur
6. Buret
7. Pipet tetes
8. Labu takar
9. Botol semprot
10. Stop watch
11. Timbangan
12. Gelas arloji
13. Pemanas
14. Pipet volum

#### 3.5. Pembuatan Larutan

1. Larutan  $K_2Cr_2O_7$  0,25 N  
1,334 gr  $K_2Cr_2O_7$  dilarutkan dalam air sampai 100 ml.
2. Reagen Asam Sulfat  
 $H_2SO_4$  p ditambah 10 gr  $Ag_2SO_4$  per 1 liter asam

pelarutan ini membutuhkan waktu 1 sampai 2 hari.

3. Larutan standart Ferro Amonium Sulfat

39 gr  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  dimasukkan dalam labu takar 1 liter ditambah 500 ml aquadest ditambah 20 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p, larutan didinginkan kemudian ditambah sampai 1 liter, dan distandarisasi dengan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ .

Standarisasi Ferro Amonium Sulfat :

10 ml  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  dimasukkan dalam beaker glas 200 ml ditambah dengan 100 ml air dan 30 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p, larutan didinginkan kemudian dititrasi dengan FAS menggunakan indikator ferroin.

Warna larutan berubah dari hijau kebiru-biruan menjadi orange kemerah-merahan.

4. Larutan indikator fenantrolin ferro sulfat ( ferroin ).

Digunakan labu takar 100 ml, dilarutkan fenantrolin mono hidrat sebanyak 1,485 gram dan 6,95 mg  $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  dengan sedikit air, diencerkan sampai 100 ml.

5. Larutan indikator pp 1 %.

1 ml phenolphthalin, dilarutkan dalam 100 ml air dalam labu takar.

6. Kalium oksalat jenuh.

Kalium oksalat : air = 1 : 3.

7. Larutan NaOH 0,1 N.

0,4 gr NaOH dimasukkan dalam labu takar, dilarutkan dalam 100 ml air.

8. Larutan  $H_2SO_4$  2 N.  
27,77 ml  $H_2SO_4$  pekat dilarutkan dalam 500 ml dalam labu takar.
9. Larutan formaldehid 4 %.  
4 gram formaldehid dilarutkan dalam 100 ml air dengan menggunakan labu takar.
10. Larutan  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18 H_2O$  2 N.  
22,2 gram  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18 H_2O$  dimasukkan dalam labu takar 100 ml ditambah aquadest sampai penuh.
11. Larutan  $FeSO_4 \cdot 7 H_2O$  2 N  
55,6 gram  $FeSO_4 \cdot 7 H_2O$  dimasukkan dalam air 100 ml dalam labu takar.
12. Larutan  $Al_8(OH)_{20}Cl_4$  10 %.  
10 gram  $Al_8(OH)_{20}Cl_4$  dilarutkan dalam 90 ml aquadest.

### 3.6. Prosedur Penelitian

#### 3.5.1. Analisa Pendahuluan

##### a. Pengukuran pH

1. Sebelum digunakan, pH meter dibersihkan dahulu dengan menggunakan aquadest.
2. Sesudah itu pH meter dicelupkan ke dalam larutan sampel yang hendak diukur pHnya.
3. Indikator pH meter dibiarkan sampai dalam keadaan stabil, kemudian dibaca angka penunjuk.

b. Analisa COD

1. 0,4 gr  $\text{Hg}_2\text{SO}_4$  dimasukkan ke dalam gelas erlenmeyer COD 250 ml.
2. 5 atau 6 batu didih yang telah dibersihkan dimasukkan terlebih dahulu ke dalam gelas erlenmeyer tersebut.
3. Larutan sampel ditambahkan sebanyak 20 ml.
4. Di tambah larutan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  0,25 N sebanyak 10 ml.
5. Pereaksi asam sulfat diambil sebanyak 30 ml, dimasukkan 5 ml ke dalam erlenmeyer COD, dikocok perlahan-lahan dan hati-hati untuk mencegah penguapan, tetapi larutan harus bercampur dan panasnya merata.
6. Air pendingin dialirkan pada kondensor dan gelas erlenmeyer COD diletakkan dibawah kondensor. Sisa reagen  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dituangkan dari butir 5 yaitu 25 ml melalui kondensor ke dalam gelas erlenmeyer COD ( gelas refluks ) sedikit demi sedikit dengan menggunakan dispenser dan selama proses ini gelas refluks digoyang agar semua reagen dan sampel tercampur dan panasnya merata.
7. Kondensor ditempatkan dengan gelas erlenmeyer COD ( gelas refluks ) diatas pemanas bunsen. Alat pemanas dinyalakan dan larutan direfluks selama 2 jam.
8. Gelas refluks dibiarkan dingin kemudian kondensor dibilas dengan air suling sebanyak

kira-kira 25 - 50 ml.

9. Gelas refluks dilepaskan dari kondensor, larutan didinginkan ( untuk lebih cepat gelas refluks direndam dalam air ) kemudian larutan diencerkan sampai menjadi 2 kali jumlah larutan dalam gelas refluks dengan air suling kira-kira 150 - 200 ml didinginkan lagi sampai suhu ruangan.
10. Ditambah 3 - 4 tetes indikator feroin.
11. Dikromat yang tersisa didalam larutan sesudah direfluks, dititrasikan dengan larutan standard Ferro Amonium Sulfat 0.10 N sampai warna hijau biru menjadi coklat merah.
12. Blangko terdiri dari 20 ml air suling yang mengandung semua reagen yang ditambahkan pada larutan sampel. Refluks dengan cara yang sama seperti diatas.

$$\text{COD} = \frac{(a - b) \cdot N_{\text{FAS}} \cdot 8000 \cdot f}{\text{ml sampel}}$$

a = Volume FAS pada blangko.

b = Volume FAS pada sampel.

f = Jumlah pengenceran.

$N_{\text{FAS}}$  = Konsentrasi (N) FAS

c. Analisa TSS ( Total Suspended Solid )

1. Kertas saring dipanaskan pada temperatur  $105^{\circ}\text{C}$  selama kurang lebih 1 jam.

2. Kertas saring didinginkan didalam eksikator 10 menit.
3. Kertas saring kemudian ditimbang didapat berat kosong.
4. Dimasukkan sampel air kedalam kertas saring, kemudian dihisap dengan menggunakan pompa vakum.
5. Kertas saring dikeringkan kedalam oven  $105^{\circ}$  C selama 2 jam.
6. Kertas saring didinginkan kembali kedalam eksikator selama 10 menit, setelah dioven.
7. Kertas saring ditimbang kembali.

Perhitungan :

$$\text{TSS} = ( \text{Berat akhir} - \text{berat awal} ) \times 1000 \text{ ppm}$$

#### d. Analisa protein

1. 10 ml sampel diambil dimasukkan ke dalam erlenmeyer (125 ml) dan ditambahkan 20 ml aquadest dan 0,4 Kalium oksalat jenuh ( K.oksalat : air = 1 : 3 ) serta 1 ml pp 1%. Didiamkan selama 2 menit.
2. Larutan contoh dititrasi dengan NaOH 0,1 N sampai warna merah jambu.
3. Tambahkan 2 ml larutan formaldehid 4% dan titrasi kembali dengan larutan NaOH sampai warna merah jambu tercapai kembali catat titrasi kedua
4. Buatlah titrasi blangko yang terdiri dari 20 ml



aquadest + 0,4 ml K. Oksalat jenuh + 1 ml indikator pp + 2 ml larutan formaldehid dan titrasi dengan NaOH 0,1 N.

5. Titrasi terkoreksi yaitu titrasi kedua dikurangi titrasi blangko merupakan titrasi formol.

Untuk mengetahui 5 protein, harus dibuat percobaan serupa dengan menggunakan larutan yang telah diketahui kadar proteinnya.

### 3.6.2. Proses koagulasi dan flokulasi.

- a. Ditambahkan masing-masing koagulan dalam sampel selanjutnya dilakukan pengamatan untuk masing-masing koagulan, dan masing-masing ditambah flokulan.
- b. Larutan kemudian disaring sehingga diperoleh endapan dan filtrat.
- c. Filtrat dari hasil koagulasi ditambahkan basa ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) untuk proses netralisasi.
- d. Dilakukan penyaringan lagi sehingga diperoleh endapan dan filtrat.

### 3.6.3. Analisa akhir.

Dilakukan analisa akhir terhadap filtrat pada butir (H.5.2.d). Analisa yang dilakukan adalah pengukuran pH akhir, analisa kadar protein, COD, dan analisa TSS seperti yang dilakukan pada analisa pendahuluan.