

BAB III

METODA PENELITIAN

3.1. Analisa Residu Klorin dan THM Dalam Air Minum Sebelum dan Sesudah Pendidihan

3.1.1. Alat-alat yang digunakan

- a. Buret
- b. Labu takar
- c. Beker gelas
- d. Gelas ukur
- e. Pipet
- f. Botol kaca warna coklat dan botol peniris
- g. pH meter
- h. Hot plate dan magnetic stirer
- i. Neraca elektronik
- j. Gelas arloji
- k. Corong
- l. Termometer
- m. Corong pisah
- n. Mikro syringes
- o. Termos es
- p. Seperangkat alat Kromatografi Gas-Cair

3.1.2. Reagen yang digunakan

- | | |
|---|-------------------------|
| a. CH_3COOH p.a. | e. Kanji teknis. |
| b. KI kristal (hablur) p.a. | f. ZnCl_2 p.a. |
| c. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ p.a. | g. I_2 p.a. |
| d. CHCl_3 p.a. | h. Akuades teknis. |

i. H_2SO_4 p.a.

k. NaCl p.a.

j. $K_2Cr_2O_7$ p.a.

l. Petroleum Eter p.a.

3.1.3. Analisa residu klorin dalam air minum dengan metoda Iodometri

3.1.3.1. Pembuatan reagen

a. Standar natrium tiosulfat $Na_2S_2O_3$ 0,100 N

Dilarutkan 25 g natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) dalam labu takar volume 1 liter dan diencerkan dengan akuades, ditambah beberapa ml kloroform ($CHCl_3$), kemudian ditambahkan dengan akuades sampai tanda batas. Kemudian larutan standar ini diawetkan selama minimum 2 minggu sebelum distandarisasikan dan dipakai untuk pertama kali. ⁽¹¹⁾

b. Standarisasi larutan $Na_2S_2O_3$ 0,100 N.

Digunakan larutan standar primer kalium dikromat (masa pakai larutan $Na_2S_2O_3$ adalah 24 jam sebelum perlu distandarisasi lagi). Caranya yaitu : ⁽¹¹⁾

1. Dilarutkan 4,904 g $K_2Cr_2O_7$ (tanpa H_2O yang sudah dikeringkan pada $105^\circ C$ selama 2 jam) dalam 1 l akuades. Larutan ini adalah larutan 0,100 N $K_2Cr_2O_7$.
2. Disiapkan 80 ml akuades, ditambah 1 ml H_2SO_4 pekat, dan 10 ml 0,100 N $K_2Cr_2O_7$ diatas serta lebih kurang 1 g KI, diaduk terus selama 6 menit.
3. Larutan tersebut dititrasi dengan 0,100 N $Na_2S_2O_3$ sampai warna kuning hampir hilang (iodida telah

dibebaskan).

4. Ditambah 1 ml larutan kanji, kemudian titrasi diteruskan sampai warna biru hilang pertama kali (warna biru akan keluar lagi setelah beberapa menit).

c. Standar larutan natrium tiosulfat 0,005 N.

Dibuat dengan mengencerkan larutan standar natrium tiosulfat 0,100 N dengan menggunakan rumus pengenceran :

$$V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$$

d. Indikator kanji

Digiling 5 g kanji dengan sedikit akuades, kemudian dituangkan dalam 1 l akuades yang sedang mendidih. Didiamkan semalam agar terjadi endapan dan supernatan yang akan digunakan bebas dari kekeruhan. Kemudian disimpan dalam botol peniris.⁽¹¹⁾

3.1.3 2. Pengambilan sampel

Sampel diambil dari air kran konsumen di daerah Ngesrep, Kotamadya Semarang, Jawa Tengah.

3.1.3.3. Pengadaan sampel

Sampel dibedakan menjadi dua yaitu sampel air minum yang masih segar atau sebelum pendidihan dan air minum sesudah pendidihan.

3.1.3.4. Cara kerja

- a. Dituangkan 5 ml asam asetat glasial ke dalam 500 ml sampel, diaduk agar pH merata dalam larutan yaitu sekitar 3 sampai 4. Kemudian ditambah 1 g KI

(warna kuning akan tampak), sambil diaduk terus.

- b. Sampel kemudian dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,005 N sampai warna kuning hampir hilang (larutan bebas dari iodin); ditambah 1 ml kanji, sampel akan berwarna biru, kemudian titrasi dilanjutkan hingga warna biru hilang.
- c. Pengaruh dari gangguan ditentukan melalui titrasi sebuah larutan blangko. Ke dalam 500 ml akuades, ditambah 5 ml asam asetat, 1 g KI dan 1 ml larutan kanji. Akan terjadi dua kemungkinan yaitu :
 1. Kalau timbul warna biru, dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,005 N.
 2. Kalau tidak timbul warna biru, dititrasi dengan 0,028 N larutan iodin sampai timbul warna biru, baru kemudian dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,005 N.

3.1.4. Analisa THM dengan Kromatografi Gas-Cair

3.1.4.1. Pembuatan larutan standar kloroform

Dilarutkan 10 μL kloroform ke dalam 5 mL petroleum eter. Konsentrasi larutan tersebut adalah 2 ppm.

3.1.4.2. Sampling

a. Preparasi botol sampel ⁽¹²⁾

1. Botol sampel dicuci dengan deterjen kemudian dibilas dengan air dan akuades.
2. Dibiarkan kering udara kemudian dioven selama 1

jam pada suhu 105 °C lalu dibiarkan dingin.

3. Setelah dingin ditutup.

b. Penjagaan sampel ⁽¹²⁾

Bila ada residu klorin dalam sampel maka perlu ditambahkan natrium tiosulfat sebanyak 2,5 - 3,0 mg untuk setiap 40 ml sampel. Kemudian disimpan pada suhu 4°C sampai dilakukan analisa.

c. Pengumpulan sampel ⁽¹²⁾

1. Sampel bisa diisikan ke dalam botol sampel atau langsung ke corong pisah.
2. Sampel diisikan sedemikian rupa sehingga udara tidak ikut masuk. Pengisian sampel sampai melimpah. Kalau ada gelembung udara yang masuk maka botol sampel dibuka kemudian diisi lagi dengan sampel.
3. Jika ditambah natrium tiosulfat ke dalam botol sampel, maka pengisian sampel sampai melimpah kemudian ditutup dan dikocok selama 1 menit.
4. Pengambilan sampel dari air PAM dengan cara kran dibuka dan dibiarkan air mengalir dengan kecepatan yang besar selama beberapa saat. Kemudian kecepatan aliran diatur kira-kira 500 ml/menit lalu sampel dikumpulkan.

3.2.4. Cara kerja ⁽¹²⁾

- a. Ditimbang 45 g NaCl dan dimasukkan ke dalam 150 ml sampel.

- b. Ditambah 30 ml petroleum eter dan dimasukkan dalam

corong pisah. Dikocok kuat-kuat selama 20 menit, kemudian dibiarkan sampai terjadi pemisahan.

- c. Sampel dianalisa dengan menginjeksikan 3,0 μ l dari lapisan atas (fasa organik) ke dalam alat Kromatografi Gas-Cair merk Hitachi-163, dengan kondisi sebagai berikut :

Kolom	: PEG-20 M, 10 % panjang 3 M, diameter 0,3 Cm
Suhu injeksi	: 180 °C
Suhu kolom	: 80 °C
N ₂ (Gas pembawa)	: 15 ml/menit
H ₂ (Gas pembakar)	: 0,9 Kg/Cm ²
Udara (Gas pembakar)	: 1,8 Kg/Cm ²
Attenuation	: 10
Range	: 16
Detektor	: FID
Kecepatan kertas	: 5 Cm/menit