

BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Persiapan Sampel Air

Sampel dari bahan baku air PAM Kabupaten Sukoharjo

3.2. Variabel Penelitian

Dalam penelitian ini variabel yang diambil adalah

1. Variabel Tetap

- Jenis dan volume air
- Jenis Koagulan (PAC)

2. Variabel Berubah

- Konsentrasi PAC
- Lama pengadukan

3.3. Parameter Penelitian

Parameter yang digunakan dalam penelitian ini adalah berat padatan tersuspensi total, kadar Al dan COD.

3.4 Alat dan Bahan

3.4.1 Alat-alat Yang Digunakan

1. Erlenmeyer
2. Beaker gelas
3. Gelas ukur
4. Labu takar
5. Satu set alat reflux
6. Pipet volum
7. Gelas arloji

8. Neraca Analitis
9. Spektrofotometer Hitachi U - 1100
10. Stopwatch

3.4.2 Bahan-bahan Yang Digunakan

1. Bahan baku air PAM
2. PAC
3. Akuabides
4. H_2SO_4 pekat pa
5. Indikator Feroin
6. Ag_2SO_4 pa
7. $K_2Cr_2O_7$ pa
8. $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ pa
9. Alizarin
10. HCl pa
11. Asam asetat pa
12. NH_4OH pa
13. $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ pa

3.5 Pembuatan Larutan

1. Larutan $K_2Cr_2O_7$ 0,25 N

Ditimbang 1,225 g $K_2Cr_2O_7$ dilarutkan dalam air sampai 100 mL.

2. Reagen asam sulfat

H_2SO_4 p ditambah 10 g Ag_2SO_4 per 1 L larutan. Pelarutan ini membutuhkan waktu 1 sampai 2 hari.

3. Larutan standar Fero Amonium Sulfat

Ditimbang 39 g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dimasukkan dalam labu takar 1 L, ditambah 500 mL aquadest, ditambah 20 mL H_2SO_4 p, larutan didinginkan kemudian diencerkan sampai 1 L dan distandarisasi dengan larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Standarisasi Fero Amonium Sulfat :

10 mL $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dimasukkan dalam gelasbeker 200 mL ditambah dengan 100 mL akuades dan 30 mL H_2SO_4 p, larutan didinginkan kemudian dititrasi dengan FAS menggunakan indikator ferroin.

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

4. Larutan indikator fenantrolin fero sulfat (feroin)

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

5. Larutan standar Aluminium 500 ppm

Ditimbang 4,5 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam akuades hingga volumenya 1 L.

6. Larutan $\text{Al}_3(\text{OH})_2\text{Cl}_4$ 3 ppm

3 mg $\text{Al}_3(\text{OH})_2\text{Cl}_4$ dilarutkan dalam 1000 mL aquadest.

3.6 Cara Kerja

3.6.1 Perlakuan Awal Sampel Air

Diukur nilai COD, kadar Al dan nilai TSS terlebih dahulu.

3.6.2. Menentukan waktu pengadukan optimum pada proses koagulasi

1. Sampel air dimasukkan ke dalam 5 buah beaker gelas volume 1 L.
2. Ke dalam masing-masing beaker gelas ditambahkan 3 mg PAC.
3. Dimisalkan beaker gelas tersebut A, B, C, D, dan E.
4. Beaker gelas A diaduk selama 15 menit, B 30 menit, C 45 menit, D 60 menit dan E 75 menit.
5. Diukur nilai COD, kadar Al dan TSS untuk masing-masing beaker gelas.

3.6.3 Menentukan Kadar PAC optimum untuk koagulasi

1. Dimasukkan sampel ke dalam 5 buah beaker gelas volume 1 L.
2. Dimisalkan beaker gelas tersebut A, B, C, D, dan E.
3. Ke dalam beaker gelas A ditambahkan 1,6 mg PAC, B 1,9 mg PAC, C 2,2 mg, PAC, D 2,5 mg PAC dan E 2,8 mg PAC.
4. Masing-masing beaker gelas diaduk dengan waktu pengadukan optimum.
5. Diukur nilai COD, kadar Al dan nilai TSS.

3.6.4 Pengukuran TSS

1. Ditimbang kertas saring kemudian dikeringkan pada temperatur 105°C selama kurang lebih 1 jam.
2. Didinginkan kertas saring dalam eksikator selama 10 menit

3. Kertas saring ditimbang kembali maka didapatkan berat kosong
4. Sampel air disaring
5. Di oven bertemperatur 105°C selama 2 jam
6. Kertas saring didinginkan dalam eksikator selama 10 menit
7. Kertas saring ditimbang kembali maka didapatkan nilai
 $\text{TSS} = (\text{berat akhir} - \text{berat awal}) \times 1000 = \text{ppm.}$

3.6.5 Pengukuran COD

1. Ditimbang 0,4 gram Ag_2SO_4 dimasukkan dalam labu refluks COD 250 ml
2. 5 atau 6 batu didih dimasukkan dalam labu refluks
3. Larutan sampel ditambahkan sebanyak 20 ml
4. Ditambah $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,25 N sebanyak 10 ml
5. Pereaksi asam sulfat diambil sebanyak 30 ml
(dimasukkan 5 ml di dalam labu refluks COD)
6. Air pendingin dialirkan pada kondensor dan gelas refluks COD diletakkan di bawah kondensor. Sisa reagen H_2SO_4 (25ml) dituang melalui kondensor ke dalam gelas refluks COD menggunakan dispenser sedikit demi sedikit.
7. Kondensor ditempatkan dengan gelas refluks di atas pemanas bunsen, larutan direfluks selama 2 jam.
8. Gelas refluks dibiarkan dingin, dibilas dengan air suling sebanyak 25-50 ml

9. Gelas refluks dilepas dari kondensor, larutandidinginkan kemudian diencerkan sampai dua kali lipat dalam larutan gelas refluks (150 - 200) mL.
10. Indikator Feroin ditambahkan 3 sampai 4 tetes
11. $K_2Cr_2O_7$ yang tersisa di dalam larutan yang sesudah direfluks dititrasi dengan larutan standar Ferro Amonium Sulfat 0,1 N terjadi perubahan warna dari warna hijau biru menjadi coklat merah
12. Blanko (20 ml) air suling yang mengandung semua reagen yang ditambahkan pada larutan sample direfluks dengan cara yang sama

$$COD = \frac{(a-b) \times N \text{ FAS} \times 8000}{ml \text{ sampel}}$$

a = ml FAS untuk larutan blanko

b = ml FAS untuk sampel

$$\text{Perhitungan NFAS} = \frac{ml \text{ } K_2Cr_2O_7 \times N \text{ } K_2Cr_2O_7}{ml \text{ FAS}}$$

3.6.6 Pengukuran kadar Al

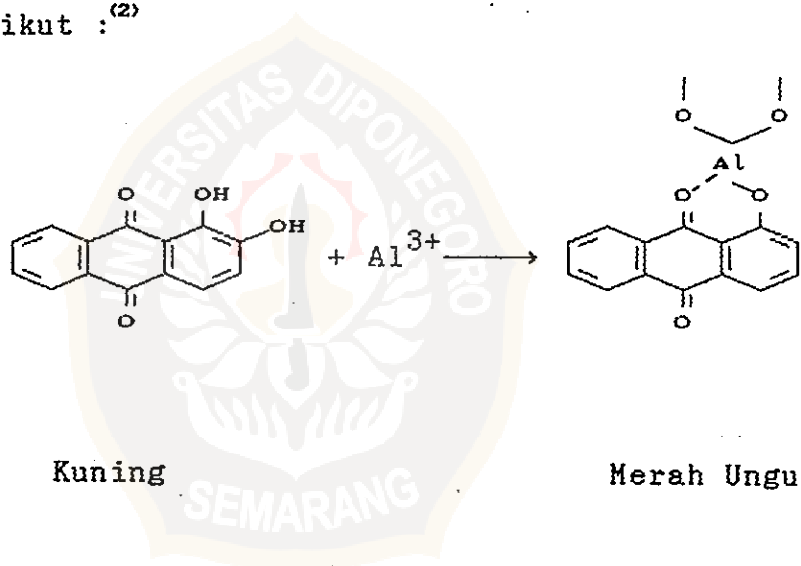
Pembuatan Larutan Induk Al 500 ppm untuk Larutan standar sebagai berikut :

Ditimbang 4,5 g $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ dilarutkan dalam 1000 mL aquabides, ditambah 1% HCl dan lima tetes larutan KCl.

Pengukuran Al dengan spektrofotometer :

Larutan standar ditentukan nilai absorbansi terlebih dahulu, kemudian sampel diperlakukan sebagai berikut :

50 mL sampel ditambah 0,25 mL Alizarin, ditambah 2,5 mL asam asetat 5%, ditambah 2,5 mL NH_4OH 5%, didiamkan selama 10 - 15 menit kemudian ditambah 2,5 mL asam asetat 25%, Al positif dari warna kuning menjadi merah ungu, kemudian ditambah 100 mL akuades. Dibaca absorbansi pada panjang gelombang 535 nm. Reaksi Al dengan reagen tersebut adalah sebagai berikut :⁽²⁾



Perhitungan kadar Al =

$$\frac{1000 \times \text{absorbansi sampel} \times 0,1 \text{ mL standar} \times 0,5 \text{ mg/L}}{50 \text{ mL sampel} \times \text{absorbansi standar}}$$