

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis Penelitian ini menggunakan metode deskriptif yaitu untuk mengetahui pengamatan Zat Organik BOD dan COD pada air sungai disekitar pabrik Tahu di daerah Junok Bangkalan.

3.2 Populasi dan Sampel

3.2.1 Populasi

Populasi untuk bahan penelitian adalah semua air sungai disekitar pabrik tahu didaerah junok bangkalan.

3.2.2 Sampel Penelitian

Sampel yang di analisis adalah air sungai pada pabrik tahu didaerah junok bangkalan 12 titik sampel air sungai yang di ambil secara random dilakukan 2 perlakuan dengan jumlah 24 sampel.

3.3 Lokasi dan waktu penelitian

3.3.1 Lokasi pengambilan dan penelitian sampel

- a. Pengambilan sampel air sungai dilakukan dikawasan pabrik tahu di bangkalan.
- b. Penelitian sampel dilakukan di BARISTAND (Balai Riset dan Standarisasi Industri) di Surabaya

3.3.2 Waktu penelitian

Waktu penelitian dilaksanakan selama tujuh bulan yaitu dari bulan januari sampai dengan bulan agustus tahun 2018.

3.3.3 Waktu pemeriksaan

Waktu pemeriksaan dilaksanakan pada tanggal 30 July – 5 Agustus 2018

3.4 Variabel penelitian dan Definisi Operasional Variabel

3.4.1 Variabel penelitian

Variabel penelitian adalah : Nilai BOD dan COD.

3.4.2 Definisi Operasional Variabel

Definisi operasional penelitian adalah Nilai BOD dan COD

3.5 Metode Pengumpulan Data

Data sampel air penelitian ini dikumpulkan dengan observasi atau pengamatan melalui uji Laboratorium.

3.5.1 Penentuan titik sampel air sungai

Sebelum pengambilan sampel air sungai terlebih dahulu dilakukan penentuan titik sampel air yang dilakukan berdasarkan metode “*sampling purposive*” yaitu tata cara pengambilan titik sampel air berdasarkan adanya beberapa pertimbangan yang dilakukan oleh peneliti. Adapun pertimbangan peneliti adalah pertimbangan sumber kegiatan yang diduga memberikan beban pencemaran.

Pengambilan sampel dilakukan di daerah sebelum ada kegiatan yang memberikan beban pencemaran yaitu titik 12 dengan jarak 100 m pengambilan sampel tepat di daerah buangan air limbah dengan jarak 0 m, sesudah pembuangan limbah cair, pengambilan sampel di pinggir sungai yang didasarkan pada banyaknya kegiatan dan permukiman yang diduga memberikan kontribusi pada terjadinya pencemaran dengan jarak 100 m dan pengambilan sampel tepat pada perubahan warna dengan jarak 200 m dimana titik ini didasarkan pada

pertimbangan bahwa daerah buangan limbah dan di tengah akan membawa dampak di daerah tersebut.

3.5.2 Pemeriksaan BOD (Biochemical Oxygen Demand/BOD)

A. Prinsip

Sejumlah contoh ditambahkan larutan pengencer jenuh oksigen yang telah ditambahkan larutan nutrisi dan bibit mikroba, kemudian diinkubasi dalam ruang gelap pada suhu $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 5 hari. Nilai BOD dihitung berdasarkan selisih konsentrasi oksigen terlarut 0 (nol) hari dan 5 (lima) hari.

B. Bahan

a) Air bebas mineral

b) Larutan buffer fosfat

Larutkan 8,5 g kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4); 21,75 g dilakukan hidrogen fosfat (K_2HPO_4); 33,4 g dinatrium hidrogenfosfatheptahidrat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dan 1,7 g amonium klorida (NH_4Cl) dalam air bebas mineral, kemudian encerkan hingga 1 L. Larutan ini menghasilkan pH 7,2.

c) Larutan Magnesium Sulfat

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

d) Larutan kalsium klorida

Larutan 27,5 g CaCl_2 anhidrat dengan air bebas mineral, kemudian encerkan hingga 1 L.

e) Larutan feri klorida

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

f) Larutan air pengencer

Tambahkan setiap 1 L air bebas mineral dengan masing-masing 1 ml larutan buffer fosfat, 1 ml larutan MgSO_4 , 1 ml larutan CaCl_2 dan 1 ml larutan FeCl_2 . Kemudian diaerasi sedikitnya selama 6 jam.

g) Larutan glukosa asam glutamate

Keringkan glukosa (p.a) dan asam glutamat (p.a) pada 103°C selama 1 jam. Timbang 150 mg glukosa dan 150 mg asam glutamat, kemudian larutkan dengan air bebas mineral hingga 1 L.

h) Larutan indikator amilum (kanji)

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.

i) Larutan Mangan sulfat

Larutan 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 $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dengan air bebas mineral ke dalam labu ukur 1000 ml, tepatkan sampai tanda tera.

j) Larutan alkali yodida azida

Larutan 500 g NaOH dan 150 g KI dengan air bebas mineral sampai volume 1 L. Tambahkan larutan 10 g NaN_3 dalam 40 ml air bebas mineral.

k) H_2SO_4 pekat.

- l) Larutan Natrium thiosulfate 0,025 N.

Larutan 6,205 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan air suling yang telah dididihkan (bebas oksigen). Tambahkan 0,4 g NaOH dan encerkan sampai 1 L. lakukan penetapan konsentrasi larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan kalium dikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

- m) Larutan H_2SO_4 1 N

Tambahkan 28 ml H_2SO_4 pekat sedikit demi sedikit kedalam 800 ml air bebas mineral sambil diaduk. Encerkan sampai volume 1 L.

- n) Larutan NaOH 1 N

Larutkan 40 g NaOH dalam 1L air bebas mineral.

C. Peralatan

- a. Botol winkler yang telah diketahui volumenya.
- b. Pipet volume 1,0 ml; 2,0 ml; 5,0 ml; dan 25 ml;
- c. Pipet ukur 5 ml atau 10 ml;
- d. Labu ukur 100 ml, 200 ml dan 1000 ml
- e. Beaker glas
- f. Buret mikro 2,0 ml atau 5,0 ml atau digital buret 25 ml
- g. Aerator
- h. Inkubator BOD kondisi gelap dengan suhu $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$.
- i. Neraca analitik dan timbangan kasar
- j. Hot plate / pemanas listrik

D. Prosedur

- a. Lakukan pengukuran pH contoh, jika nilainya tidak dalam kisaran 6,0 – 8,0 atur pH pada kisaran tersebut dengan penambahan larutan H_2SO_4 atau NaOH.
- b. Siapkan 4 buah botol winkler, tandai masing-masing botol dengan notasi DO_0 blanko, DO_5 blanko, DO_0 sampel dan DO_5 sampel.
- c. Pipet sejumlah contoh uji (sesuai karakteristik contoh uji) kedalam labu ukur 250 ml, kemudian tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera.
- d. Tuang larutan contoh uji ke dalam 2 buah botol winkler sampel (DO_0 sampel dan DO_5 sampel) sampai meluap, tutup botol secara hati-hati untuk menghindari terjadinya gelembung udara. Lakukan control blanko dengan menggunakan larutan pengencer pada 2 buah botol winkler (DO_0 blanko dan DO_5 blanko).
- e. Simpan botol DO_5 blanko dan DO_5 sampel pada lemari incubator, lakukan inkubasi pada $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ selama 5 hari \pm 6 jam pada kondisi gelap.
- f. Tambahkan pada botol DO_0 blanko dan DO_0 sampel masing-masing 1 ml MnSO_4 dan 1 ml alkali yodida azida dengan ujung pipet berada tepat di atas dasar botol.
- g. Tutup segera dan homogenkan hingga terbentuk endapan sempurna.
- h. Biarkan endapan mengendap selama 5-10 menit.
- i. Tambahkan 1 ml H_2SO_4 pekat, tutup segera dan homogenkan hingga endapan larut sempurna.

- j. Titrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan indikator amilum/ kanji sampai biru tepat hilang.
- k. Catat volume penggunaan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ untuk titrasi.
- l. Lakukan langkah e-j pada botol DO_5 blanko dan DO_5 sampel setelah inkubasi 5 hari.
- m. Hitung konsentrasi oksigen terlarut nol (0) hari (DO_0) dan 5 (lima) hari (DO_5) dengan rumus

$$\text{DO (mg O}_2\text{/l)} = \frac{V \times N \times 8000}{V_{\text{winkler}} - 2}$$

Keterangan :

V= volume titrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ml)

N= normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (N)

V_{winkler} = Volume botol winkler (ml)

- n. Hitung nilai BOD_5 dengan rumus

$$\text{BOD}_5 \text{ (mg O}_2\text{/l)} = [(\text{DO}_0 \text{ sampel} - \text{DO}_5 \text{ sampel}) - (\text{DO}_0 \text{ blanko} - \text{DO}_5 \text{ blanko})] \times f_p$$

- o. Lakukan analisis duplo frekuensi 5% sampai 10% per batch atau minimal 1 kali untuk sampel uji kurang dari 10 sebagai control ketelitian analisis. Perbedaan antara nilai replikasinya (*Relative Percent Different/RPD*) tidak boleh lebih besar dari 30%.

$$\% \text{ RPD} = \frac{\text{simplo} - \text{duplo}}{(\text{simplo} + \text{duplo}) / 2} \times 100 \%$$

3.5.3 Pemeriksaan COD (Chemical Oxygen Demand/COD)

A. Prinsip

Senyawa organik dalam sampel oleh $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ dalam refluks tertutup menghasilkan Cr_2^{3+} . Jumlah oksidan yang dibutuhkan dinyatakan dalam ekuivalen oksigen (O_2 mg/L) diukur secara spektrofotometri sinar tampak $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ kuat mengabsorpsi pada gelombang 420 nm dan Cr_3^+ kuat mengabsorpsi pada panjang gelombang 600 nm.

B. Bahan / pereaksi

- a) Air bebas organik
- b) *Digestion solution* (Larutan A) pada kisaran konsentrasi tinggi.
Tambahkan 10,216 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang telah dikeringkan pada suhu 105 °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.
- c) *Digestion solution* (Larutan A) pada kisaran konsentrasi rendah.
Tambahkan 1,022 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang telah dikeringkan pada suhu 105 °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.
- d) Larutkan pereaksi asam sulfat. (larutan B)
Larutkan 10,12 g serbuk atau kristal Ag_2SO_4 kedalam kedalam 1000 ml H_2SO_4 pekat. Aduk hingga larut (gunakan magnetic stirrer untuk mempercepat proses pelarutan)

- e) 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 contoh uji.

- f) Larutan baku kalium Hidrogen ptalat ($\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$, KHP) = COD 500 mg O_2/L . Gerus perlahan KHP, lalu keringkan sampai berat konstan pada suhu 110°C . Larutkan 425 mg KHP ke dalam air bebas organik dan tepatkan sampai 1000 ml. Larutan ini stabil bila disimpan dalam kondisi dingin pada temperatur $4^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ dan dapat digunakan sampai 1 minggu selama tidak ada pertumbuhan mikroba. Sebaiknya larutan ini dipersiapkan selama 1 minggu.

C. Peralatan

- a. Spektrofotometer beserta kuvetnya.
- b. *Digestion vessel*/ test tube.
- c. Pemanas (COD reactor)
- d. Labu ukur 50 ml; 100 ml; 250 ml; 500 ml; dan 1000 ml.
- e. Pipet volume 1,0 ml; 2,0 ml; 5,0 ml; 10,0 ml; dan 25 ml.
- f. Pipet ukur 5 ml atau 10 ml
- g. *Magnetic stirrer* dan
- h. Timbangan analitik

D. Prosedur

1. Prosedur digestion

- a. Pipet sebanyak 1,5 ml *Digestion solution* (larutan A) sesuai dengan kisaran konsentrasi pada *digestion vessel*/test tube.

- b. Kemudian tambahkan 3,5 ml larutan pereaksi asam sulfat (larutan B).
- c. Kemudian pipet sebanyak 2,5 ml sampel atau larutan kerja dan masukkan kedalam digestion vessel / test tube yang telah berisi digestion solution dan pereaksi asam sulfat. Lakukan kontrol blanko dengan menggunakan air bebas mineral dan organik.
- d. Tutup tabung dan kocok perlahan sampai homogeny.
- e. Letakkan tabung pada pemanas (COD reactor) yang telah dipanaskan pada suhu 150°C, lakukan refluks selama 2 jam.

2. Pembuatan kurva kalibrasi

- a) Hidupkan dan optimalkan alat uji spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengujian COD. Mengatur panjang gelombang 420 nm untuk pembacaan kisaran konsentrasi rendah dan 600 nm untuk pembacaan konsentrasi tinggi.
- b) Ukur serapan masing-masing larutan kerja pada panjang gelombang yang sesuai dan catat hasil pembacaan serapannya.
- c) Buat kurva kalibrasi dari data pembacaan masing-masing larutan kerja dan tentukan koefisien regresi (r) dan persamaan garis lurus nya.
- d) Jika koefisien kolerasi regresi linier (r) $< 0,995$, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada pembuatan kurva kalibrasi a. sampel dengan c. hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

3. Pengukuran contoh uji

- a. Dinginkan perlahan-lahan contoh yang sudah direfluks sampai suhu ruang untuk mencegah terbentuknya endapan, jika perlu saat pendinginan sesekali ditutup contoh dibuka untuk mencegah adanya tekanan gas.
- b. Biarkan suspensinya mengendap dan pastikan bagian yang akan diukur benar-benar jernih.
- c. Ukur serapan contoh uji pada panjang gelombang yang telah ditentukan (600 nm).
- d. Hitung kadar COD berdasarkan persamaan linier kurva kalibrasi sesuai dengan kisaran konsentrasinya. Jika dilakukan pengenceran, hitung kadar COD total dengan rumus:

$$\text{Kadar COD (mg/L)} = C \times fp$$

Keterangan

C adalah kadar yang didapatkan dari perhitungan persamaan (mg/L)

Fp adalah faktor pengenceran (jika ada)

- e. Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5 % sampai 10 % per bath (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. perbedaan antara nilai replikasinya (Relative Percent Pifferece / RCP) tidak boleh lebih besar dari 30 %,

$$\% \text{ RPD} = \frac{\text{simplo} - \text{duplo}}{(\text{simplo} + \text{duplo})/2} \times 100 \%$$

- f. Lakukan kontrol akurasi dengan larutan baku KHP dengan kisaran persen temu balik (% recovery, % R) adalah 85 % sampai 115 %.

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

Keterangan

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

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

**Tabel 3.1 Contoh Tabulasi Data Hasil Pemeriksaan Analisa Zat Organik
BOD dan pada Air Sungai disekitar Pabrik Tahu didaerah Junok**

Bangkalan

No	Sampel	Nilai BOD	Keterangan
1	Titik 1A		
2	Titik 1B		
3	Titik 2A		
4	Titik 2B		
5	Titik 3A		
6	Titik 3B		
7	Titik 4A		
8	Titik 4B		
9	Titik 5A		
10	Titik 5B		
11	Titik 6A		
12	Titik 6B		
13	Titik 7A		
14	Titik 7B		
15	Titik 8A		
16	Titik 8B		
17	Titik 9A		
18	Titik 9B		
19	Titik 10A		
20	Titik 10B		
21	Titik 11A		
22	Titik 11B		
23	Titik 12A		
24	Titik 12B		
Jumlah			
Rata-rata			
SD			

Tabel 3.2 Contoh Tabulasi Data Hasil Pemeriksaan Analisa Zat Organik COD dan pada Air Sungai disekitar Pabrik Tahu didaerah Junok Bangkalan

No	Sampel	Nilai COD	Keterangan
1	Titik 1A		
2	Titik 1B		
3	Titik 2A		
4	Titik 2B		
5	Titik 3A		
6	Titik 3B		
7	Titik 4A		
8	Titik 4B		
9	Titik 5A		
10	Titik 5B		
11	Titik 6A		
12	Titik 6B		
13	Titik 7A		
14	Titik 7B		
15	Titik 8A		
16	Titik 8B		
17	Titik 9A		
18	Titik 9B		
19	Titik 10A		
20	Titik 10B		
21	Titik 11A		
22	Titik 11B		
23	Titik 12A		
24	Titik 12B		
Jumlah			
Rata-rata			
SD			

3.6 Metode Analisis Data

Untuk mengetahui analisa data yang diperoleh dari pemeriksaan zat organik, BOD dan COD pada air sungai dan hasil identifikasi secara menghitung presentase air sungai disekitar pabrik tahu di daerah Junok Bangkalan.

