NAMA :
NO BP :

LABORATORIUM LINGKUNGAN

MODUL PRAKTIKUM
LABORATORIUM LINGKUNGAN

2018

Jurusan Teknik Lingkungan
Fakultas Teknik Universitas Andalas
0751-7862901
http://lingkungan.unand.ac.id

REDUCE
RECYCLE
REUSE

LABORATORIUM LINGKUNGAN

LABORATORIUM AIR
UNIVERSITAS ANDALAS

PERATURAN UMUM PRAKTIKUM

1. Selama praktikum berlangsung, praktikan wajib memakai jas laboratorium yang mempunyai logo yang melambangkan identitas Teknik Lingkungan UNAND (dikancingkan dengan rapi), memakai sepatu (bukan sepatu sendal);
2. Praktikum dimulai pukul 07.00 WIB, tidak ada toleransi keterlambatan;
3. Praktikan yang tidak menyerahkan Laporan Awal dan/atau Tugas Pendahuluan, tidak dibenarkan mengikuti praktikum;
4. Laporan akhir yang dikumpulkan harus telah di ACC oleh asisten modul masing-masing, jika tidak nilai laporan akhir sama dengan nol;
5. Praktikum susulan tidak akan diadakan;
6. Praktikan yang berhalangan karena sakit diharuskan melapor secepatnya kepada Koordinator Asisten dan Asisten Modul yang bersangkutan, selambat-lambatnya 2x24 jam setelah praktikum disertakan surat keterangan sakit dari dokter.
7. Praktikan yang tidak mengikuti lebih dari dua modul praktikum tanpa alasan yang jelas, dinyatakan gagal;
8. Bagi siapa pun, kegiatan makan dan minum dilarang selama berada di dalam laboratorium;
9. Dilarang keras merokok di dalam lab;
10. Praktikan dilarang menggunakan HP selama di dalam laboratorium.

PERATURAN KHUSUS PRAKTIKUM

1. Setiap kelompok bertanggung jawab terhadap peralatan yang digunakan dan kebersihanya selama praktikum berlangsung;
2. Kerusakan/pecahnya alat laboratorium selama praktikum berlangsung menjadi tanggung jawab praktikan;
3. Setiap perlakuan dengan zat berbahaya (seperti asam sulfat pekat, dll) harus dikerjakan dalam lemari asam;
4. Peralatan harus disusun kembali seperti semula setelah praktikum selesai;
5. Tiap praktikan harus mengecek voltase setiap alat listrik sebelum memulai percobaan dan harus diketahui asisten;
6. Praktikan harus mengecek ketentuan khusus penggunaan tiap alat dan setiap tindakan harus diketahui asisten;
7. Praktikan harus bertanggung jawab dengan percobaan yang sedang dilakukan dan peralatan yang digunakan. Selama percobaan berlangsung, praktikan tidak dibenarkan meninggalkan percobaan;
8. Setiap kelompok wajib memenuhi peralatan khusus sesuai dengan ketentuan yang diberikan asisten demi kelancaran pelaksanaan praktikum;
9. Bon alat dilaksanakan satu hari sebelum praktikum dimulai, dan sesaat setelah selesai praktikum.

LABORATORIUM AIR

Dosen:

Dr. Puti Sri Komala

Shinta Indah, Dr. Eng

Ir. Budhi Primasari, M.Sc

Dewi Fitria, Ph.D

Analis:

Syofni,S.Si

Tim Asisten:

Dollas Jenni Saputra

Yuliana

Afip Herliansa

Arief Almi

Eka Indah Lestari

Vebby Ola Hendessa

Sri Ayu Meireni

Dhea Pratiwi Kiflia

Qurratu Ayunin

Ayesha Rahmadina P S

Annisa Fadhlia

Rima Hayati Syahputri

Fatih Aziz Qordhowi

Elfin Ilhamdio

Vara Laraswati

Windi Triana Putri

Fella Revisha

Zahra Asyla Vendini

Wahyuda Novembri

Yogi Kurniawan

MODUL I
ANALISIS ZAT PADAT

1. Prinsip Percobaan

Pengukuran zat padat dalam air berdasarkan metode gravimetri yaitu analisis berdasarkan penimbangan berat. Penentuan padatan dilakukan dengan cara penyaringan, pemanasan, dan penimbangan.

2. Prosedur Percobaan

2.1 Alat

- Kertas saring 2 buah;
- Cawan penguap 4 buah;
- Desikator;
- Cawan pijar
- *Furnace;*
- Oven;
- Gelas ukur 50ml;
- Timbangan;
- Tang krus;
- Pinset.

2.2 Bahan

- Aquadest;
- Sampel.

2.3 Cara Kerja

a. Persiapan

Siapkan dua buah cawan penguap (mulut lebar) dan satu buah cawan pijar (cawan kecil) serta satu lembar kertas saring bebas abu. Kemudian cawan-cawan yang telah bersih dipanaskan pada suhu 550°C selama satu jam. Lalu masukkan ke dalam desikator, setelah itu ditimbang sampai konstan.

Sehingga didapat berat masing-masing sebagai berikut:

- Berat cawan penguap 1 + berat kertas saring = a gram;
- Berat cawan penguap 2 + berat kertas saring = b gram;
- Berat cawan penguap 3 + berat kertas saring = c gram;

b. Pengukuran zat padat terlarut

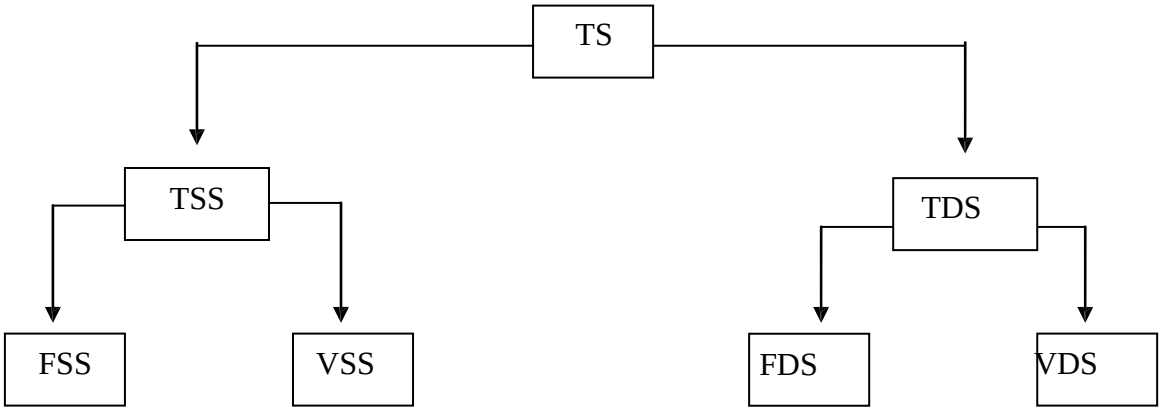
- Saring 100 ml sampel air dengan kertas saring bebas abu.
- *Filtrate* diuapkan pada cawan di atas *water bath* sampai kering.
- Masukkan cawan ke oven 105°C selama satu jam.
- Dinginkan dalam desikator selama 10 menit, kemudian timbang (e gram).
- Cawan yang berisi TDS masukkan ke dalam oven 550°C selama 1 jam, kemudian turunkan suhu ke 105°C, sampai suhu stabil.
- Dinginkan dalam desikator selama 10 menit, kemudian timbang (f gram).
- Kertas saring yang berisi endapan dimasukkan ke dalam cawan dan dipanaskan dalam oven 105°C selama satu jam.
- Dinginkan dalam desikator selama 1 jam, kemudian timbang (g gram).
- Panaskan cawan tersebut pada suhu 550°C selama 1 jam, kemudian turunkan suhu ke 105°C, sampai suhu stabil.
- Dinginkan dalam desikator selama 10 menit, kemudian timbang (h gram).
- Lakukan hal yang sama terhadap blanko

3 Perhitungan

1.	TS	=	TSS + TDS	=	mg/l
2.	TDS	=	1000/ml sampel x (e - b) x 1000	=	mg/l
3.	FDS	=	1000/ml sampel x (f - b) x 1000	=	mg/l
4.	VDS	=	TDS – FDS	=	mg/l
5.	TSS	=	1000/ml sampel x (g - d) x 1000	=	mg/l
6.	FSS	=	1000/ml sampel x (h - faktor koreksi abu) x 1000	=	mg/l
7.	VSS	=	TSS – FSS	=	mg/l

Catatan:

Dalam pengolahan air limbah, parameter VSS dan VDS sangat penting untuk mengetahui kandungan zat organik yang terdapat dalam zat tersuspensi maupun dalam kondisi terlarut, sehingga dapat dipilih alternatif sistem pengolahan yang akan digunakan. Selain itu, parameter ini juga bisa digunakan untuk mengetahui konsentrasi mikroorganisme yang terdapat dalam *sludge*.



Gambar 1.Skema Analisis Zat Padat

LEMBAR KERJA MODUL I
ANALISIS ZAT PADAT

Zat	Berat Awal(gr)	Berat Awal (gr) 105^0C	Berat Akhir (gr) 550^0C
Blanko Sampel Cawan			

Mengetahui,
Asisten Modul Analisis Zat Padat

( )

MODUL II
NITROGEN
(N-NH_4, N-NO_3, N-NO_2)

A. AMMONIUM (N-NH_4)

1. Metode

Metode Spketrofotometri

2. Prinsip

Prinsip percobaan ini adalah NH_4^+ dalam suasana basa dengan pereaksi *Nessler* membentuk senyawa komplek yang berwarna kuning sampai coklat. Intensitas warna yang terjadi diukur absorbannya pada panjang gelombang 420 nm.

3. Alat dan Bahan

3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam percobaan ini adalah:

- Labu ukur 100 ml 6 buah
- Labu ukur 25 ml 7 buah
- Gelas ukur 50 ml 1 buah
- Pipet hisap 10 ml 1 buah
- Pipet hisap 5 ml 1 buah
- Kertas saring
- Kuvet
- Corong
- Rak tabung reaksi
- Labu semprot
- Pipet tetes 1 buah

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam percobaan ini adalah:

- Larutan stock standar NH_4 1000 ppm
  Sebagai pembanding larutan sampel;
- Pereaksi Nessler
  Untuk mengidentifikasi warna larutan dan menentukan adanya Ammonium;
- Garam seignette
  Untuk membentuk garam kompleks dalam amonia dan menstabilkan amonia;
- Sampel air sungai
  Bahan yang akan di uji kadar Ammoniumnya;
- *Aquadest*
  Sebagai pengencer larutan dan pembersih alat.

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Larutan Standar NH_4 (100 ppm)

Cara kerja yang dilakukan untuk larutan standar yaitu:

- Larutan standar NH_4 1000 ppm diencerkan menjadi 100 ppm;
- Dibuat larutan standar NH_4 konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4 dan 5 ppm dengan cara melakukan pengenceran dari larutan standar NH_4 100 ppm;
- Diambil 25 ml dari masing-masing larutan standar tersebut di atas, kemudian dikerjakan sama seperti sampel;
- Kemudian dibuat kurva kalibrasi antara absorban vs konsentrasi dan *slope* (ppm/ unit absorban).

3.3.2 Larutan Sampel

Cara kerja yang dilakukan untuk sampel yaitu:

- Sampel air diambil 25 ml yang jernih (kalau keruh harus disaring);
- Ditambahkan 1-2 tetes pereaksi Garam Seignette;
- Ditambahkan 0,5 ml pereaksi Nessler;
- Dikocok dan dibiarkan selama 10 menit;
- Warna kuning yang terjadi diukur intensitasnya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm.

3.4 Rumus Perhitungan

- Rumus yang digunakan dalam percobaan ini antara lain:

Rumus Pengenceran

$M_1.V_1 = M_2.V_2$

- Rumus Regresi Linear Kurva

$y = a + bx$

$$a = \frac{(\Sigma y_i)(\Sigma x_i^2) - (\Sigma x_i)(\Sigma x_i y_i)}{n\Sigma x_i^2 - (\Sigma x_i)^2}$$

$$b = \frac{n\Sigma x_i y_i - (\Sigma x_i)(\Sigma y_i)}{n\Sigma x_i^2 - (\Sigma x_i)^2}$$

Keterangan:
a = intersep
b = koefisien regresi/slop
y = nilai absorban
x = konsentrasi larutan (ppm)

4. Lembar Kerja Praktikum Ammonium

Hasil dari percobaan Ammonium:

Larutan Standar

Konsentrasi(ppm)	Absorban

Sampel:

Konsentrasi(ppm)	Absorban

Mengetahui,
Asisten Praktikum Ammonia

( )

B. NITRAT ($N\text{-}NO_3$)

1. Metode

Metode Spektrofotometri

2. Prinsip Percobaan

Nitrat dalam air dalam suasana asam dengan brusin sulfanilat dan asam sulfat membentuk senyawa kompleks yang berwarna kuning. Intensitas warna yang terjadi diukur absorbannya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm.

3. Alat dan Bahan

3.1 Alat

- 7 buah labu ukur 25 ml;
- 1 buah gelas ukur 10 ml;
- 7 buah kuvet spektro;
- Mikropipet;
- Hot Plate;
- Corong;
- 1 buah Kertas saring diameter 125 mm;
- 1 buah pipet takar;
- 7 buah labu ukur 100 ml;
- 1 buah *beakerglass* 50 ml;
- 1 buah bola hisap.

3.2 Bahan

- Larutan Brusin-Sulfanilat
- Dilarutkan 1 gr Brusin Sulfat dan 0,1 gr Asam Sulfanilat dalam 70 ml air panas. Kemudian ditambah 3 ml Asam Sulfat pekat. Setelah dingin tambah aquadest sampai volumenya 100 ml.
- Larutan H_2SO_4
- 100 ml H_2SO_4 pekat ke dalam 125 ml aquadest
- Larutan NaCl
- Dilarutkan 300 NaCl dalam 1 L aquadest
- Larutan Stock Standar NO_3 (1000 ppm)
- Ditimbang dengan teliti 1,629 gr KNO_3, kemudian dilarutkan dengan aquadest sampai dengan 1 L ke dalam labu ukur.

4. Cara Kerja

1. 10 ml contoh air yang telah disaring hingga jernih.
2. ditambah dengan 2 ml larutan NaCl, 10 ml larutan H_2SO_4 dan 0,5 ml larutan Brusin Sulfanilat masukkan dalam labu ukur 25 ml;
3. Setiap penambahan pereaksi harus dikocok. Kemudian dipanaskan diatas Pemanas air (95^oC) selama 20 menit;
4.

5. Ukur intensitasnya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm;
6. Buat deretan larutan standar Nitrat dengan konsentrasi 0; 2; 4; 6; 8; 10 ppm, dengan cara melakukan pengenceran terhadap larutan standar 1000 ppm (samakan perlakuan dengan sampel).

5. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Buat kurva kalibrasi antara absorban vs konsentrasi (ppm), masukkan nilai konsentrasi sampel dan di plotkan ke kurva sehingga didapatkan nilai absorban sampel.

6. Perhitungan

Rumus Pengenceran:

$N_1 \, x \, V_1 = N_2 \, x \, V_2$

Keterangan:

V_1 = Volume awal

V_2 = Volume akhir

N_1 = Konsentrasi awal

N_2 = Konsentrasi akhir

7. Lembar Kerja Praktikum Nitrat

Hasil dari percobaan Ammonium:

Larutan Standar

Konsentrasi(ppm)	Absorban

Konsentrasi	Absorban

Mengetahui,
Asisten Praktikum Nitrat

( )

C. NITRIT (N-NO_2)

5. Metode

Metode Spektrofotometri

6. Prinsip Percobaan

Nitrit dengan asam sulfanilat dan N – (1 – Naphthyl ethyle diamin) dihidroklorida dalam suasana asam (pH2,0-2,5 membentuk senyawa komplek yang berwarna ungu. Intensitas warna yang terjadi diukur absorbannya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 520 nm.

7. Alat dan Bahan

3.1 Alat

- 7 buah labu ukur 25 ml;
- 1 buah gelas ukur 10 ml;
- 7 buah kuvet spektro;
- Mikropipet;
- 1 buah Kertas saring diameter 125 mm;
- 1 buah pipet takar;
- 7 buah labu ukur 100 ml;
- 1 buah *beakerglass* 50 ml;
- 1 buah bola hisap.

3.2 Bahan

- Larutan Asam Sulfanilat
- Dilarutkan 0,6 gram asam sulfanilat dalam sedikit air, kemudian ditambah 20 ml HCl pekat. Diencerkan dengan *aquadest* sampai 100 ml.
- Larutan N – (1 – Naphthyl ethyle diamin) dihidroklorida
- Dilarutkan 0,5 gram N – (1 – Naphthyl ethyle diamin) dihidroklorida dalam 500 ml *aquadest.*
- Larutan Stock Standar Nitrit (1000 ppm)
- Ditimbang dengan teliti 0,150 gram $NaNO_2$. Kemudian diencerkan dengan *aquadest* sampai dengan volumenya 1 liter dalam labu ukur. Larutran stock standar nitrit ini harus distandarisasi secara iodometri untuk mengetahui konsentrasi yang tepat.
- Larutan Standar Nitrit (10 ppm)
- Diencerkan 10 ml larutan stock standar nitrit 1000 ppm dengan *aquadest* sampai volumenya menjadi 1000 ml dalam labu ukur.

3.3 Cara Kerja

1. 25 ml contoh air yang telah disaring hingga jernih ditambah 1 ml asam sulfanilat, dan 1 ml larutan N – (1 – Naphthyl ethyle diamin) dihidroklorida.
2. Setelah dikocok dan dibiarkan selama 15 menit.
3. Ukur intensitas warna ungu yang terjadi dengan spektofotometer pada

panjang gelombang 520 nm.

4. Buat deretan larutan standar Nitrit dengan konsentrasi 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8;
5. 1,0 ppm, dengan cara melakukan pengenceran terhadap larutan standar 1000 ppm.

8. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Buat kurva kalibrasi antara absorban vs konsentrasi (ppm), masukkan nilai konsentrasi sampel dan di plotkan ke kurva sehingga didapatkan nilai absorban sampel.

9. Perhitungan

5.1 Rumus Pengenceran:

$N_1 \, x \, V_1 = N_2 \, x \, V_2$

Keterangan:

V_1 = Volume awal

V_2 = Volume akhir

N_1 = Konsentrasi awal

N_2 = Konsentrasi akhir

5.2 Konsentrasi Nitrit:

Konsentrasi Nitrit = A x S = …… ppm NO_2

Keterangan:
A = Absorban sampel air
S = Kemiringan (ppm/unit absorban)

10. Lembar Kerja Praktikum Nitrit

Hasil dari percobaan Ammonium:

Larutan Standar

Konsentrasi(ppm)	Absorban

Sampel:

Konsentrasi(ppm)	Absorban

Mengetahui,
Asisten Praktikum Nitrit

( )

M ODUL III
LOGAM BESI DAN MANGAN

A. LOGAM BESI

1. Metode

Spektrofotometri

2. Prinsip

Sampel menyerap radiasi (pemancaran) elektromagnetis, yang pada panjang gelombang tertentu dapat dilihat.

3. Pereaksi

3.1 Larutan hidroksilamin hidroklorida 10%

10 gr $NH_2OH.HCl$ dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 100 ml diencerkan sampai tanda batas.

3.2 Buffer asetat pH 4

250 gr $NH_4C_2H_3O_2$ dilarutkan dengan aquades 100 ml dalam erlenmeyer. Kemudian ke dalam erlenmeyer tersebut ditambahkan 100 ml asam asetat glasial.

3.3 Larutan phenantrolin 1%

1 gr phenantrolin dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 100 ml dan encerkan sampai tanda batas.

3.4 Larutan induk besi (Fe^{3+} 50 mg/L)

Di dalam labu ukur 1 liter yang berisi 50 ml aquades, tambahkan dengan hati-hati 20 ml H_2SO_4 pekat. Kemudian larutkan ke dalamnya 0,249 gr $FeSO_4.7H_2O$ atau 0,242 gr $FeCl_3.6H_2O$ atau garam lain yang mengandung 50 mg Fe^{3+}. Kemudian isi labu ukur sampai 1 liter.

3.5 Larutan standar referensi Fe^{3+}

Larutan ini disiapkan dari larutan induk Fe^{3+} 50 mg/L dengan cara mengencerkan menjadi: 0,2 mg/L, 0,4 mg/L, 0,6 mg/L, 0,8 mg/L dan 1 mg/L.

4. Prosedur Percobaan

4.1 Alat

- Spektronik-20
- Labu takar 100 ml
- Gelas ukur 10 ml dan 100 ml
- Pipet tetes
- Erlenmeyer 125 ml dan 250 ml
- 1 set kuvet
- Batang pengaduk
- Penangas air
- Termometer 100°C
- Pipet gondok
- Buret mikro dan statip
- Tabung reaksi 10 ml
- Rak tabung reaksi
- Neraca digital
- Botol semprot
- *Tissue*

4.2 Bahan

- HCl p.a. (asam klorida pekat)
- $NH_2OH.HCl$ (hidroksilamin hidroklorida)
- $NH_4C_2H_3O_2$ (amonium asetat)
- $C_{12}H_8N_2.H_2O$ (phenatrolin monohidrat)
- H_2SO_4 p.a. (asam sulfat pekat)
- $KMnO_4$ (kalium permanganat)
- Aquades

4.3 Cara Kerja

Persiapan

1. Sampel diaduk dengan baik, diambil 50 ml sampel dan tuangkan ke dalam erlenmeyer. Kemudian tambahkan 2 ml HCl pekat dan 1 ml larutan hidroksilamin hidroklorida.
2. Panaskan sampel hingga menjadi setengah volume semula.
3. Sampel didinginkan dan dipindahkan ke dalam labu ukur.
4. Tambahkan 50 ml buffer asetat serta 2 ml larutan phenantrolin tembahkan air sampai 100 ml.
5. Kocoklah larutan dan biarkan selama 10-15 menit sehingga warna merah terbentuk. Larutan siap untuk dianalisa dengan menggunakan spektrofotometri UV-VIS

5. Perhitungan

Regresi Linear Kurva

Untuk mendapatkan kurva yang linear, kurva perlu diregresi dengan menggunakan persamaan: Y = a + bX

dimana:

a = penggal garis regresi

b = *slope* garis

X = konsentrasi

Y = absorbansi

$$a = \frac{\left(\sum Yi\right)\left(\sum Xi^2\right) - \left(\sum Xi\right)\left(\sum Xi\,Yi\right)}{n\left(\sum Xi^2\right) - \left(\sum Xi\right)^2}$$

$$b = \frac{n\left(\sum Xi\,Yi\right)}{n\left(\sum Xi^2\right)}$$

1. Lembar Kerja Praktikum Logam Besi

Larutan Standar

No	Konsentrasi (ppm)	Absorban
1. 2. 3. 4. 5. 6.		

Sampel

No	Konsentrasi (ppm)	Absorban

Mengetahui,
Asisten Modul Penentuan
Logam Besi

( )

B. LOGAM MANGAN

1. Umum

Mangan di dalam tanah, kebanyakan dalam bentuk mangan dioksida (valensi +4) yang sukar larut di dalam air. Tetapi karena dalam kondisi anaerobic, kekurangan oksigen dapat direduksi menjadi Mn^{+4} yang larut dalam air.

Di dalam air tanah juga mengandung mangan, hal ini dibantu dengan adanya penguraian zat organik oleh mikroorganisme, sehingga terbentuk CO_2 dan kondisi anerobik, sehingga MnO_2 dapat larut dalam air tanah sebagai Mn valensi 2.

Adanyan mangan yang tinggi dalam air, terutama untuk air minum, maka akan teroksidasi oleh oksigen membentuk Mn^{+4} yang akan menyebabkan air menjadi keruh, berwarna kecokelatan dan berbau logam mangan. Baku mutu untuk air minum adalah 0,05 mg/L.

2. Metode

Metode persulfate-spektrofotometri

3. Prinsip

Oksidasi mangan dalam air oleh persulfat dalam suasana asam dan panas membentuk MnO_4, yang berwarna merah (cokelat). Warna yang terjadi diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 525 nm.

4. Reaksi

$$\mathbf{2\ Mn^{+2} + 5\ S_2O_8^{-2} + 8\ H_2O \rightarrow 2\ MnO_4^{-} + 10\ SO_4^{-2} + 16\ H^{+}}$$

5. Pereaksi

5.1 Asam Nitrat Pekat (HNO_3)

5.2 $AgNO_3$ 1/35,45 N

Cara pembuatan sama dengan prosedur pada penetapan korida

5.3 Larutan Standar Mn (1 mL = 0,11 mg)

Digunakan larutan $KMnO_4$ 0,01 N. Cara pembuatan sama dengan prosedur pada penetapan zat organik

5.4 Kristal $K_2S_2O_8$ atau $(NH_4)_2\ S_2O_8$

6. Prosedur Percobaan

6.1 Bahan

- Sampel
- Aquadest

- HNO_3 pekat
- $KMnO_4$ 0,01 N
- $AgNO_3$ 1/35,45 N
- Kristal $K_2S_2O_8$

6.2 Alat

- Erlenmeyer 125 ml
- Pipet Tetes
- Gelas ukur 100 ml dan 50 ml
- Kertas saring
- Corong
- buah Labu ukur 50 ml
- 1 set kuvet
- Penangas air
- Buret mikro dan statip
- Botol semprot
- *Tissue*

6.3 Cara Kerja

1. 50 mL contoh air dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer. Tambahkan 2-3 tetes HNO_3 pekat. Tambahkan larutan $AgNO_3$ 1/35,45 N yang banyaknya sesuai dengan keperluan pada penetapan klorida.
2. Panaskan sampai mendidih, jika cairan tetap keruh harus disaring. Tambahkan kristal $K_2S_2O_8$ dan panaskan lagi. Jika cairan berwarna merah muda atau merah ungu maka contoh air tersebut mengandung Mn.
3. Pengukuran dengan Spektrofotometer

   Cairan contoh yang berwarna merah dimasukkan dalam labu ukur 50 ml kemudian ditambah *aquadest* sampai tanda batas. Baca intensitas warna merah dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 525 nm.
4. Untuk kalibrasi, dibuat sederetan larutan standar Mn dari 1-15 mg/l, menggunakan larutan $KMnO_4$ 0,01 N (1 ml = 0,11 mg), kemudian diukur intensitas masing-masing larutan standar Mn tersebut. Dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi dengan absorbansi dan ditentukan slope kemiringannya.
5. Pengukuran menggunakan Tabung Nessler

   Siapkan 6 buah tabung Nessler. Pada tabung I diisi dengan contoh air tersebut di atas. Pada tabung II-VI, diisi dengan 50 ml *aquadest* dan larutan standar Mn masing-masing 0,05 ml; 0,1 ml; 0,15 ml; 0,2 ml; 0,25 ml. Kocok dan bandingkan warna merah dari contoh yang mengandung Mn dengan warna standar Mn di atas.

7. Perhitungan

Untuk pengukuran dengan spektrofotometer

Konsentrasi Mn (mg/l) = Absorbansi contoh x Slope

8. Lembar Kerja Praktikum Logam Mangan

Larutan Standar

No	Konsentrasi (mg/l)	Absorban
1. 2. 3. 4. 5.		

Sampel

No	Konsentrasi (mg/l)	Absorban

Mengetahui,
Asisten Modul Penentuan
Logam Mangan

( )

MODUL VII
BIOCHEMICAL OXYGEN DEMAND-CHEMICAL OXYGEN DEMAND (BOD-COD)

A. BOD

1. Umum

BOD adalah banyaknya oksigen yang dibutuhkan oleh bakteri selama penguraian senyawa organik pada kondisi aerobik. Dalam hal ini dapat diinterpretasikan bahwa senyawa organik merupakan makanan bagi bakteri. Parameter BOD digunakan untuk menentukan tingkat pencemar oleh senyawa organik yang dapat diuraikan oleh bakteri.

2. Prinsip percobaan

Pengukuran BOD terdiri dari pengenceran sampel, inkubasi selama 5 hari pada suhu 20^0C dan pengukuran oksigen terlarut selama inkubasi menunjukan banyaknya oksigen yang dibutuhkan oleh sample air. Oksigen terlarut diukur dengan metoda titrasi Winkler.

3. Prosedur percobaan

3.1 Bahan

- Larutan baku sodium Thiosulfat, 0,1 N;
- Larutan Alkali Iodide (NaI);
- Larutan indikator Amilum;
- Larutan Asam Sulfat pekat;
- Larutan Mangan Sulfat ($MnSO_4$);
- Larutan Magnesium Sulfat ($MgSO_4$);
- Larutan $CaCl_2$;
- Larutan $FeCl_3$;
- Larutan Kalium Dikromat, 0,02N;
- Buffer Fosfat;
- Aquades.

3.2 Alat

- Inkubator;
- Aerator;
- Botol BOD, 6bh;
- *Beaker glass* 200 ml;
- Erlenmeyer 250 ml, 2 bh;
- Pipet gondok 50 ml;

- Pipet tetes;
- Labu ukur 500 ml, 2 bh;
- Labu ukur 200 ml;
- *Micropipette* 1 ml;
- Buret;
- Statip;
- Bola hisap.

3.3 Cara kerja

a. Standarisasi Larutan Thiosulfat ($Na_2S_2O_3$)

Masukkan 5 ml larutan $K_2Cr_2O_7$ ke dalam Erlenmeyer. Encerkan dengan air suling kira-kira 25 ml, tambahkan 0,5 g KI murni (p.a) dan 2,5 ml H_2SO_4 4 N. kemudian kocoklah dan simpan pada tempat gelap selama lima menit. Titrasi larutan thiosulfat yang akan distandarkan. Bila warna kuning pada larutan hampir hilang, tambahkan 1 ml larutan kanji, teruskan titrasi sampai warna biru hilang.

Rumus:

$$\text{Normalitas } Na_2S_2O_3 = \frac{\text{volume } K_2Cr_2O_7 \times \text{Normalitas } K_2Cr_2O_7}{\text{Vol } Na_2S_2O_3}$$

b. Pemeriksaan oksigen terlarut

1. Aerasi air akuades selama 30 menit;
2. a. Pipet sampel sesuai dengan karateristik limbah misalnya 10 ml, masukkan dalam labu ukur 500 ml, encerkan dengan air aquades yang telah diaerasi sebelumnya;
   b. Masukkan air aquades yang telah diaerasi ke dalam labu 500 ml sebagai blanko;
3. Tambahkan larutan $FeCl_3$, larutan $CaCl_2$, larutan $MgSO_4$, dan larutan Buffer Fosfat masing-masing 1 ml ke dalam sampel dan blanko, lalu dikocok;
4. Masukkan sampel dalam 3 botol BOD (botol Winkler), dimana 2 botol untuk penentuan DO_5 dan 1 botol untuk penentuan DO_0.
5. Lakukan langkah 4 terhadap blanko;
6. Terhadap botol BOD-DO_0, tambahkan larutan $MnSO_4$ dan 1 ml larutan alkali Iodide Azida, lalu simpan dalan inkubator;
7. Setelah 10 menit, ambil botol BOD-DO_0 tersebut, tuang dalam erlemeyer 250 ml dan tambahkan 1 ml Asam Sulfat Pekat. Kemudian titrasi dengan larutan Natrium Thiosulfat sampai warna kuning muda. Tambahkan indikator Amilum sampai warna menjadi ungu tua dan titrasi kembali dengan larutan Natrium Thiosulfat hingga bewarna bening. Catat volume sampel dalam botol dan volume Natrium Thiosulfat yang digunakan;

8. Lakukan hal yang sama (prosedur 5 – 6) terhadap 2 botol BOD-DO_5 setelah 5 hari penyimpanan di inkubator.

4. Perhitungan

$$BOD_{5hari,20^{o}C}\ (mg/l) = \frac{(DO_0 - DO_5) - (B_0 - B_5)(1 - p)}{p}$$

Keterangan:

B0 = DO 0 hari blangko (mg/l);
B5 = DO 5 hari blangko (mg/l)
D0 = DO 0 hari sampel (mg/l);
D5 = DO 5 hari sampel (mg/l);
P = angka pengenceran.

Catatan:
Kebersihan percobaan BOD sangat dipengaruhi oleh kehidupan mikroorganisme, oleh sebab itu semua zat yang bersifat toksik terhadap mikroorganisme harus dihilangkan terlebih dahulu, contohnya senyawa pestisida, klor dan sebagainya. Validitas data pengukuran BOD biasanya ditentukan berdasarkan:

- DO 5 harus lebih besar dari 5 mg/l;
- Penurunan DO 30% - 70%.

Pengawetan sampel dilakukan dengan cara pendinginan suhu dan waktu penyimpanan maksimum 8 jam (2 hari).

5. Lembar Kerja Praktikum BOD

Data pengamatan DO_0

No	Larutan	Volume cairan(ml)	Volume $Na_2S_2O_3$ (ml)	Normalitas $Na_2S_2O_3$(N)	DO(mg/l) $_0$
1	Blanko1				
2	Sampel1				

Data pengamatan DO_5

No	Larutan	Volume cairan (ml)	Volume $Na_2S_2O_3$ (ml)	Volume rata-rata $Na_2S_2O_3$ (ml)	Normalitas NaSO(N)	DO_5 (mg/l)	DO_0 (mg/l)
1	Blanko1						
2	Sampel1						

Mengetahui, Asisten
Modul BOD

( )

B. COD

1. Umum

COD adalah jumlah oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi senyawa organik dalam sampel. Parameter COD menunjukkan jumlah senyawa organik dalam air yang dapat dioksidasi secara kimia. Oksidasi yang umum digunakan adalah dengan Kalium Dikromat ($K_2Cr_2O_7$).

2. Prinsip Percobaan

Senyawa organik dalam air dioksidasi oleh larutan Kalium Dikromat dalam suasana asam pada temperatur 150° C. Kelebihan Kalium Dikromat dititrasi oleh larutan Ferro Ammonium Sulfat (FAS) dengan indikator Ferroin.

3. Alat dan Bahan

3.1. Alat

- Buret;
- Tabung reaksi;
- Gelas erlenmeyer 250 ml;
- Pipet volum 5 ml;
- Pipet tetes;
- Corong;
- Bola hisap;
- Batu didih;
- COD reaktor dan transformer;
- Gelas ukur 10 ml.

3.2. Bahan dan Reagen

3.2.1 Bahan

- Larutan digesti $K_2Cr_2O_7$ 0,0167 N;
- Reagen asam Sulfat-Perak Sulfat;
- Indikator Ferroin;
- Aquadest;
- Larutan FAS 0,05 N;
- Sampel.

3.2.2. Reagen

a. Larutan standar digesti $K_2Cr_2O_7$ 0,25 N
Ditimbang dengan teliti 12,259 gr $K_2Cr_2O_7$ yang telah dipanaskan pada temperatur 105 ^{o} C selama 1 jam, kemudian diencerkan dengan akuades hingga volumnenya tepat 1 L

b. Reagen asam sulfat-perak
5,5 g Ag_2SO_4 dimasukkan ke dalam 1 kg H_2SO_4 pekat dan dibiarkan selama 1 hari atau 2 hari untuk melarutkan serbuk tersebut.

c. Larutan indikator ferroin
1,485 g 1,10-phenantrolin monohidrat dan 695 mg $FeSO_47H_2O$ dilarutkan dalam akuades dan diencerkan hingga volumenya 100 ml. Indikator ini harus dibuat baru.

d. Larutan ferro ammonium sulfat (FAS) 0,05 N
98 gr $Fe(NH_4)_2(SO_4)6H_2O$ dilarutkan dalam akuades. Kemudian tambahkan 20 ml H_2SO_4 pekat dan encerkan hingga volumenya 1 liter. Larutan ini harus distandarisasi setiap hari dengan cara sebagai berikut:

10 ml larutan standar digesti $K_2Cr_2O_7$ 0,25 N diencerkan dengan akuades hingga 100 ml, ditambahkan 10 ml H_2SO_4 pekat dan didinginkan. Kemudian titrasi dengan larutan standar FAS menggunakan 2 atau 3 tetes indikator ferroin.

Rumus:

$$\text{Normalitas FAS} = \frac{\text{ml } K_2Cr_2O_7 \text{ x Normalitas FAS awal}}{\text{ml FAS}}$$

4. Prosedur Percobaan

4.1. Cara Kerja

1. Masukkan 2,5 ml sampel ke dalam tabung reaksi.
2. Tambahkan 1,5 ml larutan digesti.
3. Tambahkan ke dalam larutan tersebut 3,5 ml Ag_2SO_4. Aduk larutan tersebut hingga homogen.
4. Letakkan tabung yang berisi larutan tadi ke dalam COD reaktor. Kemudian panaskan pada suhu 150° C selama 2 jam.
5. Setelah dingin tambahkan 3 tetes indikator ferroin.

6. Titrasi dengan larutan FAS 0,05 N hingga terjadi perubahan warna dari hijau sampai merah-coklat.
7. Diperlukan percobaan blanko dengan cara seperti di atas.

5. Perhitungan

Rumus:

$$\text{COD sebagai mg } O_2 = \frac{(A - B) \times N \times 8000}{\text{ml sampel}}$$

dimana: A = ml FAS untuk blanko;
B = ml FAS untuk sampel;
N = normalitas FAS.

6. Lembar Kerja Praktikum COD

No	Volume Sampel/Blanko (ml)	Volume $Kr_2Cr_2O_7$ (ml)	Volume Ag_2SO_4 (ml)	VolumeTitran yang Terpakai (FAS) (ml)
1	Blanko			
2	Sampel			

Mengetahui, Asisten
Modul COD

( )