

**PENGARUH PERBEDAAN WAKTU DESTILASI TERHADAP KONSENTRASI FLUORIDA
PADA PENJERNIHAN AIR LIMBAH LABORATORIUM DENGAN PROSES DESTILASI
SEDERHANA**

Ayu Kurniasih ¹⁾, Ismiyati ²⁾

¹⁾Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Muhammadiyah Jakarta
ismiyati_umj@yahoo.com

ABSTRAK. Air limbah banyak mengandung senyawa kimia yang beracun. Ada beberapa parameter yang harus diuji. Salah satu parameter uji dalam analisa air limbah adalah Fluorida. Fluorida dalam kandungan yang besar dalam air dapat menyebabkan beberapa masalah serius terhadap kesehatan. Untuk itu Fluorida menjadi salah satu parameter penting dalam pengujian air limbah. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui waktu optimum destilasi pada suhu 180°C. Destilasi yang dilakukan dengan variasi waktu, 20, 30, 40, 50, 60, 70 dan 80 menit. Dengan variasi yang digunakan, dapat diketahui hasil proses penjernihan (destilat), dimana selanjutnya destilat akan digunakan pada analisa kadar fluorida metode SPADNS. Penelitian ini dilakukan Environmental Laboratory - PT. Sucofindo, yang berlokasi di Jl. Arteri Tol Cibitung No.1 Cibitung - Bekasi. Metode analisa yang digunakan adalah metode kolorimetri dengan larutan SPADNS sehingga banyak disebut dengan metode spands. Hasil dari destilasi (destilat) yang jernih diukur dengan spektrofometer, dengan terlebih dahulu diberikan larutan SPADNS untuk memberikan penurunan warna merah. Nilai optimal yang dihasilkan adalah pada waktu destilasi 60 menit. Korelasi antara konsentrasi fluorida dengan waktu destilasi. menghasilkan persamaan $Y = -1,140417 + 0,0602722 x - (-0,000524 x^2)$

Kata Kunci: Air limbah, destilasi, fluorida, metode kolorimetri, metode SPADNS

PENDAHULUAN

Air merupakan banyak dibutuhkan untuk hajat hidup orang banyak dan semua makhluk hidup. Fungsi air tidak tergantikan oleh senyawa lain. Maka, air harus dilindungi agar tetap dapat dimanfaatkan dengan baik.

Air dapat tercemar menjadi limbah karena adanya mikroorganisme, zat energi, dan atau komponen lain ke dalam air atau berubahnya tatanan air oleh kegiatan manusia atau oleh proses alam, sehingga kualitas air menurun.

Suatu instalasi pengolahan air limbah (IPAL) sangat tergantung pada analisa laboratorium guna mengefektifkan dan mengefisienkan pengolahan sebelum limbah dibuang ke lingkungan. Hasil analisa laboratorium yang valid menjadi panduan rangkaian kerja dari tahapan proses agar kualitas limbah buangan tidak mengganggu ekosistem yang hidup di dalam lingkungan (Habibi, 2012)

Salah satu parameter uji dalam analisa air limbah adalah fluorida karena kandungannya yang besar dalam air dapat menyebabkan masalah kesehatan.

Sejumlah kecil fluorida terbukti menguntungkan bagi pencegahan kerusakan gigi, akan tetapi konsentrasi yang melebihi kisaran 1,7 mg/L dapat menyebabkan pewarnaan pada enamel gigi, yang dikenal dengan istilah mottling. Kadar yang berlebihan juga dapat berimplikasi terhadap kerusakan pada tulang.

Beberapa metode penetapan fluorida diantaranya metode gravimetri, fluorida dapat ditetapkan dengan pemisahan sebagai kalsium fluorida (CaF_2), timah kloro fluorida, dan litium fluorida. Dengan metode titrimetri, fluorida dapat ditetapkan. Dengan metode spektrofotometri, fluorida ditetapkan dengan menggunakan metode *alizarin fluorine blue*, *zirconium - mchrome cyanide R*, *zirconium -*

SPANDS, *zirconium — alizarin red S*, dan *dbronilates*. Dengan metode elektroanalitik, fluorida dapat ditetapkan dengan metode elektroda selektif ion. Selain itu, fluorida dapat ditetapkan dengan metode katalitik, metode termometrik, dan sebagainya.

Pada penelitian ini fluorida ditetapkan secara spektrofotometri yaitu dengan metode zirconium-SPADNS (*sodium 2 - parasulfophenylazo* - *1,8 - dihidroksi-3,6-naftalene disulfonat*). Metode kolorimetri SPADNS berdasarkan reaksi antara ion fluorida dengan larutan zat warna zirconium yang berwarna merah. Campuran fluorida dengan zirconium membentuk suatu senyawa kompleks yang tidak berwarna (ZrF_6^{2-}), warna merah yang menurun secara proposional menunjukkan konsentrasi fluorida. Semakin banyak jumlah fluorida, maka warna yang dihasilkan akan semakin menurun. Penetapan warna dilakukan secara fotometri, yaitu dengan menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang maksimum 580 nm.

Penetapan fluorida dengan menggunakan metode SPADNS dilakukan dengan mengukur absorbansi dan secara otomatis alat dapat memberikan data konsentrasi sampel.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Larutan SPADNS, aquadest, H_2SO_4 p.a 98%, Larutan induk Fluorida (Larutkan 221 mg NaF anhidrat dengan Aquadest menjadi 1000 ml. 1,0 ml = 100 mg F).

Alat destilasi, pipet volume ukuran 25 ml, labu ukur 50 ml dan 100 ml, Spektrofotometer Hitachi U 2900, pemanas, gelas ukur 25 ml dan 50 ml.

Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan berdasarkan proses destilasi langsung. Sampel air

limbah keruh ditambahkan sejumlah katalis $H_2SO_4(P)$ kemudian dikondisikan di dalam alat destilasi. Dengan menjaga suhu pemanasan tidak lebih dari $180^\circ C$. Destilat di tampung dalam labu ukur 100 ml.

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui waktu optimum destilasi. Pada proses akan dilakukan variasi waktu destilasi yaitu 20, 30, 40, 50, 60, 70 dan 80 menit.

Metode Penelitian

Proses Distilasi

Dimasukkan 100 ml contoh uji dalam labu destilasi dan masukkan pula sejumlah 50 mL $H_2SO_4(P)$. Menggabungkan alat destilasi, termometer selalu diawasi selama destilasi berlangsung, jaga suhu agar tidak melebihi $180^\circ C$. Pemanasan dilakukan sesuai dengan waktu yang akan diuji yaitu 20, 30, 40, 50, 60, 70 dan 80 menit. Destilat kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml, lalu ditandabatkan dengan Aquadest.

Pembuatan Larutan Standar Baku

Disiapkan larutan baku dengan *range* antara 0-2,0 mg F7L, dengan melakukan pengenceran larutan baku fluorida. Dipipet 5 ml larutan SPADNS ke dalam setiap standar kemudian homogenkan. Dibaca dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 580 nm dan nolkan absorban menggunakan larutan blanko, kemudian baca larutan Standard. Dibuat kurva Standard dengan mg Fluorida sebagai sumbu X terhadap absorban sebagai sumbu Y.

Pengujian Sample (Metode SPADNS)

Dipipet 25 ml destilat (3.4.1.4) lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml. Dipipet 5 ml larutan SPADNS ke dalam tiap labu ukur kemudian dihomogenkan. Baca dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 580 nm, dan nolkan absorban menggunakan larutan blanko.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Pengamatan

Dari penelitian yang telah dilakukan diperoleh data - data sebagai berikut:

Tabel 1. Deret Standar Fluorida

No	Abs	Conc. mg/L
1	0.000	0.0
2	-0.045	0.1
3	-0.087	0.2
4	-0.178	0.4
5	-0.356	0.8
6	-0.447	1.0
7	-0.691	1.5
8	-0.894	2.0

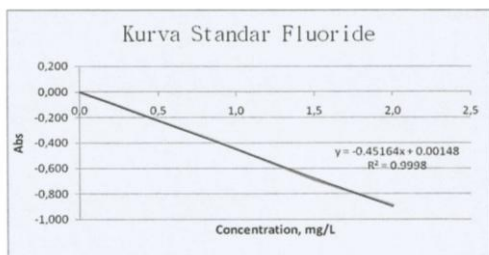
Tabel 2. Hasil Pengujian Sampel Dengan Penambahan Asam Sulfat 50 mL

Waktu	Penambahan Asam Sulfat	Conc. Fluoride (mg/L)
20 menit	50 ml	-0,140
30 menit	50 ml	0,199
40 menit	50 ml	0,430
50 menit	50 ml	0,550
60 menit	50 ml	0,590
70 menit	50 ml	0,516
80 menit	50 ml	0,330

Pembahasan

Uji linearitas dilakukan dengan mengukur larutan standar fluorida dengan 8 konsentrasi yang berbeda yaitu 0,00; 0,10; 0,20; 0,40; 0,80; 1,00; 1,50 dan 2,00 mg/L. Untuk membuktikan linearitas hubungan antara kadar analit dengan respon instrumen maka uji yang paling mudah untuk memvisualisasikan data kalibrasi dalam grafik dan menghubungkan garis linear antar data yang ada. Dengan mengevaluasi secara visual garis yang terbentuk maka dapat dibuktikan linearitas suatu garis tersebut. kurva linearitas fluoride dapat dilihat pada Gambar 1.

Gambar 1. Kurva kalibrasi Fluorida



Kurva kalibrasi/standar yang linear menunjukkan hubungan antara konsentrasi dengan nilai absorbansi berbanding lurus dan memiliki nilai korelasi positif sempurna ($r = 1$), *intercept* ($a = 0$) dan kemiringan / *slope* ($b = 1$). Berdasarkan kurva standar fluoride, diperoleh nilai *intercept* (a) dan *slope* (b) yaitu 0,0015 dan - 0,451 dan didapat koefisien regresi linear sebesar 0,999

Berdasarkan konsep statistik Pearson, pengukuran deret larutan kerja pada 8 level konsentrasi dianggap linear bila regresi kurva $> 0,95$ sedangkan pada konsep kimia analitik, kurva kalibrasi dinyatakan linear bila regresi kurva $> 0,9950$.

Berdasarkan hasil pengujian linearitas nilai koefisien korelasi dikategorikan memenuhi syarat dan masuk dalam kisaran kerja yang linear karena mempunyai tingkat kepercayaan tinggi. Secara teori nilai *intercept* adalah nol karena ketika blanko/air bebas analit (*analyte free water or blank*) diukur maka diharapkan tidak ada respon instrumen.

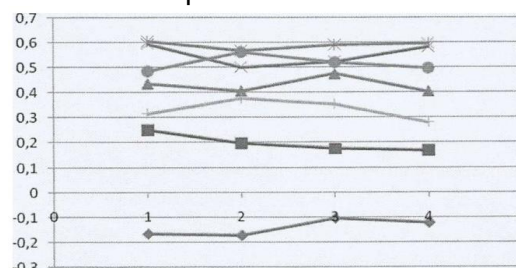
Namun pada praktek telah terjadi bias karena adanya kesalahan sistematis (*error systematic*) yaitu blanko memiliki respon instrumen yang disebabkan adanya interaksi, interferensi, kebisingan (*noise*), kontaminasi atau sumber - sumber bias lainnya. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa metode analisis menghasilkan data analisis yang proporsional dengan konsentrasi analit dalam contoh pada kisaran 0,00-2,00 $\mu\text{g/L}$.

Asam sulfat digunakan untuk mendestruksi senyawa organik dalam

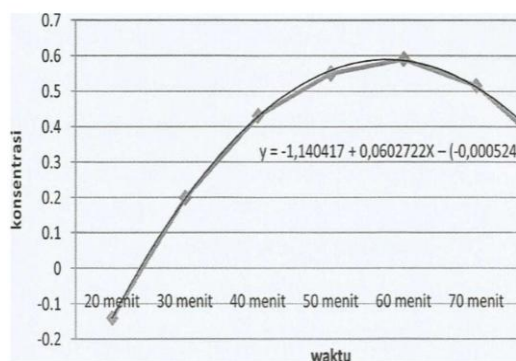
sampel. Asam sulfat pun digunakan sebagai katalis dan untuk membentuk asam fluorida (HF).

Dari hasil percobaan yang dilakukan, dapat dibuat grafik yang menunjukkan *trend* nilai fluorida dari setiap pengulangan berdasarkan penggunaan variasi waktu destilasi pada penambahan 50 mL $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{p})$.

Trend nilai Fluoride pada penambahan 50 ml H_2SO_4 Gambar 2. Trend nilai Fluorida terhadap waktu destilasi



Dari hasil di atas, sangat jelas bahwa sampel yang didestilasi dengan waktu 60 menit memberikan hasil uji yang cenderung stabil dari tiap pengulangan pembacaan analisa. Dari nilai data yang diperoleh dari pengulangan memiliki nilai range pada konsentrasi 0,567-0,605 mg/L F^- . Sedangkan sampel yang didestilasi



selama 20, 30, 40, dan 50 menit memberikan hasil uji yang kurang stabil dari tiap pengulangan pembacaan analisa.

Dari kurva yang ditunjukkan pada Gambar 3, diperoleh hasil bahwa sampel yang didestilasi selama 20 menit memberikan konsentrasi F^- yang sangat rendah (Tabel

Gambar 3. Kurva nilai fluorida terhadap waktu destilasi

4.2). Hal ini terjadi karena uap air di dalam-sampel belum sepenuhnya teruapkan. Sedangkan pada waktu destilasi selama 30, 40, 50, dan 60 kurva menunjukkan proses peningkatan konsentrasi F^- serta didapatkan hasil konsentrasi F^- tertinggi pada waktu destilasi selama 60 menit.

Pada kondisi 70 dan 80 menit, menurut hukum anorganik terlalu lamanya waktu destilasi menyebabkan asam sulfat terurai menjadi uap SO_2 dan tidak terbentuk HF. Ketika asam sulfat bertindak sebagai asam, ion H^+ nya yang akan berfungsi. Namun dalam hal ini asam sulfat bertindak sebagai oksidator, sehingga bilangan oksidasi S tentunya turun. Pada saat menangkap elektron dari F^- , terbentuklah gas SO_2 .

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Untuk menjernihkan sampel air limbah keruh pada analisa fluorida metode SPADNS menggunakan cara destilasi menggunakan H_2SO_4 (p).

Semakin bertambahnya waktu destilasi memang mempengaruhi konsentrasi fluorida dalam destilat tetapi didapatkan konsentrasi tertinggi tidak lebih dari waktu 60 menit, karena pada waktu destilasi 70 dan 80 menit mengalami penurunan konsentrasi F^- .

Kondisi waktu optimum pada proses destilasi adalah selama 60 menit dengan suhu destilasi $180^\circ C$.

Konsentrasi fluorida dalam sampel air limbah adalah 0,590 mg/L.

Korelasi antara konsentrasi fluorida dengan variasi waktu, menghasilkan persamaan $Y = -1,140417 + 0,0602722 x - (-0,000524 x^2)$ dengan persen ralat sebesar 0,4224%

Saran

Setelah didapatkan waktu optimum destilasi yaitu 60 menit dengan penambahan asam sulfat sebanyak 50mL dan suhu $180^\circ C$, maka perlakuan ini dapat diberlakukan di dalam SOP laboratorium. Sehingga dapat dipergunakan dalam analisa fluorida metode SPADNS untuk sampel air limbah. Selain itu, perlu dilakukan penelitian lanjutan baik dengan variasi konsentrasi asam sulfat ataupun pengaruh suhu yang digunakan sebagai variabel.

DAFTAR PUSTAKA

- American Public Health Association, American Water Work Association and Water Environment Fédération. 2005. *Standard Method For The Examination of Water and Waste Water, 2nd Ed.* Apha. Washinton D.C.
- Effendi, Hefni. 2003. *Telaah Kualitas Air, Bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*, Yogyakarta: Kanisius.
- Habibi, I. 2012. TINJAUAN INSTALASI PENGOLAHAN AIR LIMBAH INDUSTRI TEKSTIL PT. SUKUN TEKSTIL KUDUS. JURUSAN TEKNIK SIPIL DAN PERENCANAAN FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA
- Kementerian Lingkungan Hidup. 2006. *Himpunan Peraturan Perundang-Undangan di Bidang Pengolahan Lingkungan Hidup*. Jakarta.
- Siti Djenar, Nancy dkk. 2001. *Kimia Analitik Instrumentasi*. Bandung : Politeknik Negeri Bandung.
- Uhum, Helma Ramot. 2005. *Validasi dan Estimasi Ketidakpastian Penetapan Fluorida Dalam Air Bersih Dengan Metode SPADNS*. Bogor : Akademi Kimia Analisis Bogor.

Vogel I. 1985. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro edisi ke lima*. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.