

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN DAN ANALISIS

3.1 Metode Penelitian

Untuk mengikuti perubahan konsentrasi substrat pada waktu tertentu akan ditentukan nilai COD (Chemical Oxygen Demand) dengan metode refluks dan titrasi. Pada prinsipnya penentuan COD ini menunjukkan jumlah oksigen yang diperlukan untuk reaksi oksidasi substrat/material organik di mana sebagai oksidator digunakan $K_2Cr_2O_7$. Juga dicoba untuk mengamati perubahan konsentrasi substrat menggunakan Spektrofotometer-UV/visible. Optimasi panjang gelombang dilakukan untuk mendapatkan serapan maksimum yang dipakai untuk menentukan konsentrasi dari masing-masing sampel. Sementara itu perubahan konsentrasi biomass akan diikuti dengan penentuan SS (Suspended Solid) secara gravimetri. Percobaan dilakukan terhadap dua jenis sampel, yakni air limbah X dari PT.SIER dan sampel air limbah yang mengandung zat warna Naftol.

Dalam penelitian ini juga dilakukan beberapa tambahan percobaan sebagai pelengkap :

1. Mempelajari pengaruh penambahan nutrient tertentu (dalam hal ini digunakan Mg^{2+}) terhadap pertumbuhan biomass.
2. Mempelajari pengaruh penambahan katalis Ag^+ dalam penentuan COD (Chemical Oxygen Demand).

Penelitian dilaksanakan pada temperatur kamar. Temperatur sistem terukur adalah $28\text{ }^{\circ}\text{C}$.

3.2 Metode Analisis

Penentuan konstanta Biokinetika akan dilakukan untuk Sistem Kontinu dan Sistem Batch (tidak kontinu). Keduanya melibatkan dua variabel tak bebas, yaitu variabel perubahan konsentrasi substrat dan perubahan konsentrasi biomass, terhadap sebuah variabel bebas, yaitu perubahan waktu. Ketiga variabel tersebut berasal dari persamaan-persamaan yang telah diturunkan, yaitu :

a. Sistem Kontinu

$$1. \quad \frac{t.[X]}{[S]_o - [S]} = \left(\frac{K_m.y}{K_o} \right) \frac{1}{[S]} + \frac{y}{K_o}$$

Dibuat grafik $\frac{t.[X]}{[S]_o - [S]}$ vs $\frac{1}{[S]}$, maka slope = $\frac{K_m.y}{K_o}$ dan intersept = $\frac{y}{K_o}$, sehingga didapatkan harga K_m .

$$2. \quad \frac{[S]_o - [S]}{[X]} = \frac{K_d.t}{y} + \frac{1}{y}$$

Dari data yang sama juga dibuat grafik $\frac{[S]_o - [S]}{[X]}$ vs t , maka slope = $\frac{K_d}{y}$ dan intersept = $\frac{1}{y}$, sehingga harga K_d , y dan akhirnya juga K_o dapat diketahui.

b. Sistem Batch (tidak kontinu)

$$1. \quad \ln \left(\frac{[S]_o}{[S]} \right) \frac{1}{[X]} = \frac{K_o}{y.K_m} .t$$

Dibuat grafik $\left(\ln \frac{[S]_0}{[S]} \right) \frac{1}{[X]}$ vs t, maka akan diperoleh

$$\text{leh slope} = \frac{K_o}{y \cdot K_m} .$$

$$2. \quad \ln \frac{[X]}{[X]_0} = K_o \cdot t$$

Dibuat grafik $\ln \frac{[X]}{[X]_0}$ vs t, maka diperoleh slope K_o .

$$3. \quad \frac{[S]_0 - [S]}{[X]_0} = \frac{1}{y} (e^{K_o \cdot t} - 1)$$

Dibuat grafik $\frac{[S]_0 - [S]}{[X]}$ vs $(e^{K_o \cdot t} - 1)$ sehingga

diperoleh harga y. Nilai y dan K_o yang diperoleh kemudian disubstitusikan ke persamaan-45 sehingga K_m dapat dihitung.

Data-data yang diperoleh diolah dengan metode regresi linier model Least Squares dengan bantuan program lotus 3.4.

3.3 Penelitian

3.3.1 Alat yang digunakan :

1. Aerator (Water Pump)
2. Bejana 2, 3, 4, 5, 6, 8 L
3. Selang plastik diameter kecil
4. Spektrofotometer-UV/vis
5. Alat refluks dan pemanas
6. Buret 50 mL

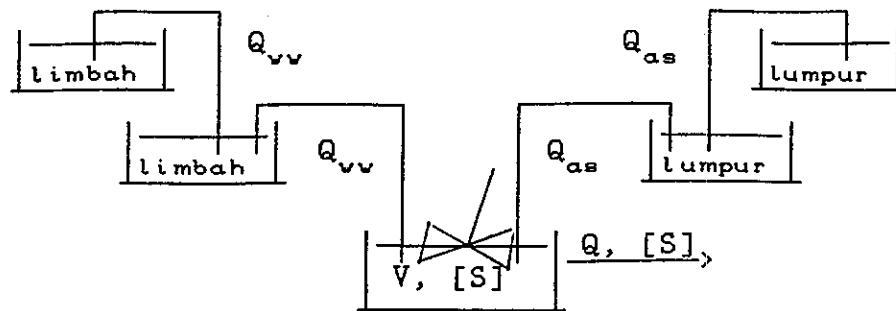
7. Pipet volume 10, 20 mL
8. Erlenmeyer 250 mL
9. Labu takar 100, 1000 mL
10. Corong Gelas
11. Oven dan eksikator
12. Neraca analitis
13. Cawan Gooch dan pompa vaccum
14. Kertas saring ukuran pori 0,45 μm

3.3.2 Bahan yang digunakan :

1. Sampel air limbah X dari PT.SIER
2. Zat warna Naftol
3. Lumpur aktif (activated sludge)
4. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ p.a.
5. $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ p.a.
6. Ag_2SO_4
7. HgSO_4
8. H_2SO_4 pekat
9. Indikator Difenilamin dan $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
10. Aqua destillata

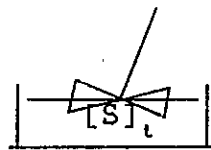
3.3.3 Gambar skema alat :

Skema alat selama proses Aerasi adalah sebagai berikut :



A. Skema Sistem Kontinu

Q_{vv} = debit air limbah, Q_{as} = debit lumpur aktif



B. Skema Sistem Bacht

Gambar III.1 : Skema Alat Saat Percobaan

3.3.4 Prosedur kerja

A. Penentuan COD, Zat Padat Tersuspensi (Suspended Solid/SS) dan metode Spektroskopi

1. Penentuan COD :

- 0,4 g $HgSO_4$ dan 5 atau 6 batu didih yang telah bersih dimasukkan ke dalam erlenmeyer COD 250 mL.
- Ditambahkan 10 mL larutan sampel (atau sampel yang telah diencerkan dengan air suling hingga taksiran COD sekitar 50-800 ppm) dan larutan $K_2Cr_2O_7$ 0,25 N sebanyak 10 mL.
- Disiapkan 30 mL reagen asam sulfat-perak sulfat dan dipindahkan menggunakan dispenser sebanyak \pm 5 mL reagen tersebut ke dalam erlenmeyer COD. Dikocok

- perlahan dan hati-hati untuk mencegah penguapan, tetapi larutan harus tercampur dan panasnya merata.
- Air pendingin dialirkan pada kondensor dan erlenmeyer COD diletakkan di bawah kondensor. Sisa reagen $H_2SO_4-Ag_2SO_4$ dituangkan melalui kondensor ke dalam gelas erlenmeyer COD sedikit demi sedikit menggunakan dispenser sambil erlenmeyer digoyang agar reagen dan sampel bercampur.
 - Pemanas dinyalakan dan larutan direfluks selama 2 jam, lalu didinginkan dan kondensor dibilas dengan air suling 25-50 mL.
 - Gelas COD dilepaskan dari kondensor dan larutan didinginkan dengan merendam dalam air, lalu larutan diencerkan dengan air suling menjadi 2 kalinya dan didinginkan lagi hingga suhu kamar.
 - Ditambahkan 1-2 tetes larutan indikator Difenilamin, lalu dititrasi dengan larutan standard ferro ammonium sulfat 0,1 N sampai warna ungu-biru menjadi kehijauan.
 - Dilakukan analisa blanko dengan 10 mL air suling dan semua reagen yang ditambahkan, direfluks dan diperlakukan dengan cara seperti di atas.

2. Penentuan Zat Padat Tersuspensi/Suspended Solid (SS) :

- Filter kertas dipanaskan dalam oven pada suhu $105^{\circ}C$ selama 1 jam, didinginkan dalam desikator selama 15 menit kemudian ditimbang dengan cepat. Pemanasan

diulangi hingga kehilangan berat sesudah pemanasan ulang kurang dari 0,5 mg.

- 100 mL sampel yang sudah dikocok merata dipindahkan menggunakan pipet ke dalam corong /cawan Gooch yang telah diberi filter kertas, kemudian disaring dengan sistem vakum.
- Filter kertas dimasukkan ke dalam oven untuk dipanaskan pada suhu 105°C selama 1 jam. Didinginkan dalam desikator dan ditimbang cepat. Pemanasan diulangi hingga kehilangan berat sesudah pemanasan ulang kurang dari 0,5 mg.

3. Metode Spektroskopi :

- Optimasi panjang gelombang : sampel diukur serapannya pada panjang gelombang (λ) 200 hingga 1000 nm. Panjang gelombang yang menunjukkan absorbansi / serapan maksimum merupakan λ_{maks} .
- Pengukuran serapan sampel berikutnya dilakukan pada λ_{maks} .

B. Penentuan Konstanta Biokinetika

1. Sistem Kontinu

- Perlakuan Pendahuluan : Penentuan perbandingan debit air limbah, (Q_w), dengan debit lumpur aktif, (Q_{as}), yang masuk ke dalam reaktor.
- Sampel (air limbah) diukur COD-nya.

- Lumpur disaring, filtrat ditentukan COD-nya dan residu ditentukan Suspended Solid (SS)-nya.
- Masing-masing dialirkan ke dalam bejana dengan volume V_1 dengan debit (Q) tertentu sambil aerator dan stop wacth dihidupkan.
- Jika bejana telah penuh dan efluent telah mengalir, stop wacth dimatikan dan waktu (t) aerasi dicatat.
- Diambil 100 ml campuran dan disaring, filtrat ditentukan COD-nya dan residu ditentukan SS-nya.
- Percobaan diulang untuk bejana dengan volume V_2 , V_3 , V_4 dan V_5 .

2. Sistem Bacth

- Perlakuan Pendahuluan : lumpur awal ditentukan SS-nya, lalu perbandingan volume sampel (V_{vv}) dengan volume lumpur (V_{as}) yang akan dicampurkan ditentukan sehingga $\frac{y}{x + y} \times [X] \approx 2,7 \text{ g/L}$.
- x mL sampel dan y mL lumpur dicampur dan diaduk rata.
- Pada t = 0, diambil 100 ml campuran dan disaring, filtrat ditentukan COD-nya dan diukur serapannya, lalu residu ditentukan SS-nya.
- Aerator dihidupkan selama 12 jam.
- Setiap 2 jam diambil 100 ml campuran dan disaring, filtrat diukur COD dan serapannya, lalu residu ditetapkan SS-nya.

C. Pengaruh Penambahan Mg Terhadap Pertumbuhan Biomass

- 1 L lumpur ditambahkan 1 L air limbah X, lalu diaerasi selama 12 jam dalam bejana A.
- 1 L lumpur ditambahkan 1 L air limbah X dan 1 gram Mg_2SO_4 , lalu diaerasi selama 12 jam dalam bejana B.
- 1 L lumpur ditambahkan 1 L air limbah X dan 2 gram Mg_2SO_4 , lalu diaerasi selama 12 jam dalam bejana C.
- Pada waktu t_0 , t_6 dan t_{12} diambil 100 ml campuran dan disaring dan residu ditetapkan SS-nya.

D. Degradasi Limbah Komponen Tunggal

Dalam percobaan digunakan zat warna Tekstil Naftol dengan cara kerja seperti berikut :

- x mL sampel larutan zat warna naftol dan y mL lumpur yang telah dicuci dengan air suling dicampur dan diaduk dalam keadaan anaerob (tertutup rapat) dengan magnetic stirrer selama 4 jam.
- Setiap waktu (t_0, t_1, t_2, t_3, t_6) tertentu, diambil 25 ml campuran lalu disaring dan filtrat diukur serapannya.
- Dilanjutkan dengan aerasi hingga 25 jam, selama selang waktu tertentu (t_5, t_6, \dots, t_{25}), diambil 25 ml campuran lalu disaring, dan filtrat diukur serapannya.
- Untuk t_0 dan t_{25} dilakukan juga penentuan COD.

E. Pengaruh Penambahan Katalis Ag^+ dalam Penentuan COD

- Sampel air limbah X dalam botol erlenmeyer I ditentukan

COD-nya dengan menggunakan katalis Ag_2SO_4 .

- Sampel air limbah X dalam botol erlenmeyer II ditentukan COD-nya dengan menggunakan katalis AgNO_3 dalam jumlah setara.
- Sampel air limbah X dalam botol erlenmeyer III ditentukan COD-nya tanpa menggunakan katalis Ag^+ .

