

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat – Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah Spektrofotometer merk Milton Roy Company, Neraca Analitik (Mettler Tipe AE 200), Oven (Gallenkamp hotbox oven size 1), Furnace (Gallenkamp Muffle Furnace size 1), Buret, Erlenmeyer, Beaker Glass, Pipet Volume, Corong, Pipet Tetes, Labu Takar, Penangas Air, Pengaduk Magnet, pH Meter Orion 210 A, Kertas Saring Whatman No.42 dan Kaca Arloji.

3.1.2. Bahan – Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah Garam Natrium Etilen Diamin Tetra Asetat (Na-EDTA), Amonium Klorida (NH_4Cl), Amonium Hidroksida (NH_4OH), Natrium Hidroksida (NaOH), Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$), Kalium Sianida (KCN), Kalium Heksasianoferrat ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$), Trietanolamin, Indikator EBT, Indikator Mureksid, Barium Klorida Dihidrat ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), Seng Sulfat (ZnSO_4), Asam Nitrat (HNO_3) pekat, Kalium Sulfat (K_2SO_4), Amonium Asetat (NH_4OAc), Asam Asetat (CH_3COOH) glasial, Asam klorida (HCl) 37 %, Karbon Aktif, Asam Sulfat (H_2SO_4) Akuades dan *Efective Microorganisme* (EM).

3.2. Pengambilan dan Penanganan Sampel

3.2.1. Pengambilan Sampel TKKS

Sampel tandan kosong kelapa sawit (TKKS) diambil dari areal pabrik pengolahan kelapa sawit PT. TASMA PUJA KAMPAR. Pengambilan sampel dilakukan secara acak pada tiga titik sampling. Sampel yang diambil adalah sampel yang masih segar sebanyak 30 Kg. Sampel kemudian dibawa ke Laboratorium Kimia FMIPA-UNRI. Sampel kemudian dipotong-potong hingga berukuran 1-2 cm dan dicampur hingga homogen.

3.2.2. Pengambilan Sampel LCPKS

Sampel limbah cair pabrik kelapa sawit (LCPKS) juga diambil dari areal pabrik kelapa sawit. Limbah cair diambil dari kolam IPAL PKS (kolam anaerobik dengan COD diperkirakan antara 10.000 sampai 20.000 ppm) sebanyak 20 liter, pengambilan dilakukan pada tiga titik sampling menurut variabel tempat. Sampel limbah cair langsung di homogenkan ditempat. Kemudian sampel dibawa ke Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA-UNRI.

3.2.3. Peremajaan EM (*Effective Microorganism*)

EM dalam keadaan tidur (*dormant*) harus diaktifkan dulu dengan cara menambahkan air dan *molasses* dengan perbandingan 1:1:100 (1,0 mL EM + 1,0 mL *molasses* + 100 mL air). Kemudian di fermentasi selama \pm 72 jam. Keaktifan mikroorganisme ditandai dengan aroma fermentasi yang harum, larutan siap digunakan (APNAN, 1999).

3.2.4. Campuran EM + LCPKS

Limbah Cair Kelapa Sawit (LCPKS) yang telah dihomogenkan kemudian dicampurkan dengan EM yang telah diaktifkan dengan perbandingan 1: 1 (3 L EM dan 3 L LCPKS).

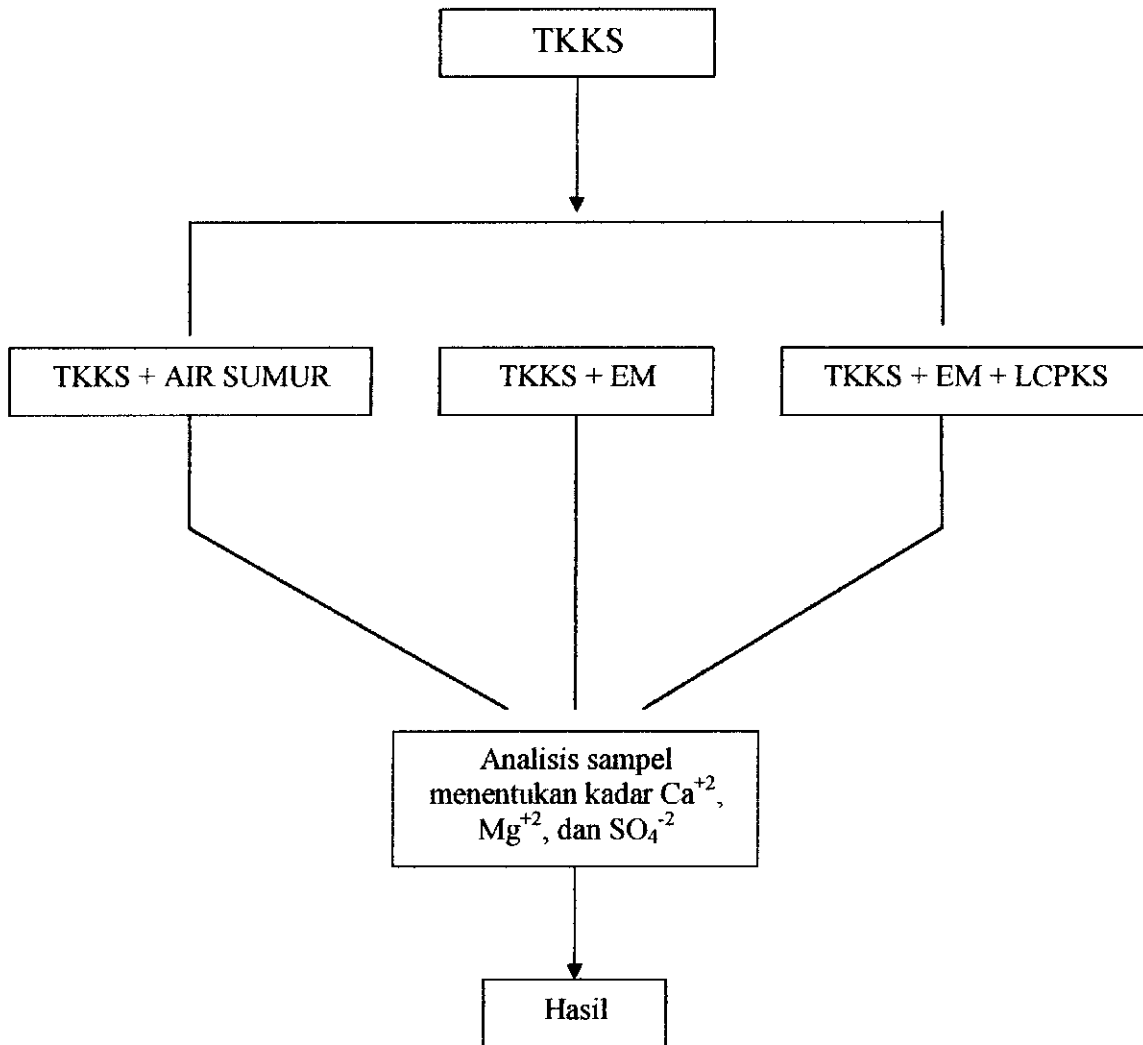
3.2.5. Pengomposan

Pengomposan dilakukan dengan tiga bagian masing-masing dengan berat TKKS 1,5 Kg. TKKS diletakkan diatas terpal dengan jarak 30 cm didalam rumah kaca kebun biologi selama 45 hari. Bagian pertama dilakukan pengomposan secara alami yaitu penyiraman dengan air sumur bagian kedua dilakukan pengomposan dengan penyiraman EM dan bagian ketiga pengomposan dengan EM+LCPKS. Penyiraman dilakukan dengan volume \pm 500 mL disiram satu kali dalam tiga hari. Pengadukan kompos dilakukan setiap hari. Pengukuran COD terhadap LCPKS dilakukan sejak hari pertama pengomposan, (analisis COD dilakukan dengan interval waktu hari ke-0 sampai dengan hari ke-45 1 kali dalam 3 hari). Konsentrasi COD tidak boleh kurang dari 10000.

3.2.3. Penanganan Sampel

Sampel TKKS yang telah mengalami proses pengomposan, masing-masing diaduk hingga homogen. Kemudian sampel ini siap dianalisis untuk menentukan kadar Kalsium (Ca), Magnesium (Mg), dan Sulfur (S).

Rancangan Penelitian



Gambar 4. Bagan Rancangan Penelitian

3.3. Analisis Sampel

3.3.1. Penentuan Kadar Kalsium dan Magnesium (Menon, 1979)

3.3.1.1. Destruksi Sampel

Ditimbang ± 5 g sampel kering dan ditempatkan dalam krusibel porselen yang beratnya telah konstan dan diabukan dalam tanur listrik / furnase pada suhu $500 - 700$ °C selama 4 jam. Kemudian didinginkan krusibel dalam desikator, kemudian abu dilarutkan dengan HNO_3 pekat. Setelah larut ditambahkan akuades. Larutan kemudian disaring ke dalam Erlenmeyer 100 mL dengan kertas saring whatman 42, lalu diencerkan filtrat sampai tanda batas dengan akuades. Filtrat siap di analisis.

3.3.1.2. Standarisasi Larutan EDTA

Dipipet 10 mL larutan standar ZnSO_4 0,005 M dimasukkan kedalam Erlenmeyer 100 mL. Kemudian dipanaskan sebentar sampai suam-suam kuku. Lalu ditambahkan 15 mL larutan buffer pH 10 dan 3 tetes indikator EBT. Dititrasi dengan EDTA sampai berwarna biru permanen. Lalu dicatat volume EDTA yang terpakai. Kemudian dilakukan tiga kali pengulangan.

3.3.1.3. Penentuan Kadar Kalsium

Dipipet 10 mL larutan sampel dimasukkan kedalam erlenmeyer 100 mL dan ditambah 40 mL akuades. Ditambahkan 15 mL larutan buffer pH 10, lalu ditambahkan masing-masing 10 tetes KCN, $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$, $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$, dan trietanolamin, sebagai *masking agent* dan 5 tetes indikator mureksid dari berwarna merah menjadi biru. Dititrasi dengan EDTA sampai berwarna ungu. Kemudian dicatat volume EDTA yang terpakai dan dihitung kadar Ca dalam sampel. Lalu dilakukan pengulangan tiga kali.

3.3.1.4. Penentuan Kadar (Kalsium + Magnesium)

Dipipet 10 mL sampel dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambahkan 40 mL akuades. Ditambahkan 15 mL larutan buffer pH 10, Lalu Ditambahkan masing – masing 10 tetes KCN, $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$, $\text{K}_2\text{Fe}(\text{CN})_6$, dan trietanolamin sebagai *masking agent* dan ditunggu beberapa menit reaksi berlangsung, atau dipanaskan larutan agar reaksi berlangsung cepat. Kemudian ditambahkan 5 tetes

indikator EBT. Dititrasi dengan EDTA sampai warna merah menjadi biru permanen. Jika titik akhir sulit dicapai, ulangi lagi dan larutan harus dipanaskan sebelum ditambahkan indikator EBT. Kemudian dicatat volume EDTA yang terpakai dan dihitung kadar (Ca+Mg) dalam sampel. Lalu lakukan pengulangan tiga kali.

3.3.1.5. Penentuan Kadar Magnesium

Kadar Mg ditentukan dengan hasil pengurangan kadar (Ca + Mg) dengan kadar Ca. Selisih pemakaian EDTA pada penentuan (Ca + Mg) dengan pemakaian EDTA pada penentuan Ca sama dengan yang diperlukan untuk penentuan Mg.

3.3.2. Penentuan Sulfat

3.3.2.1. Ekstraksi Sampel (Rehm and Caidwell, 1968)

Ditimbang ± 5 g sampel basah dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Sampel dilarutkan dengan 100 mL larutan (0.5 M NH_4OAc + 0,25 M CH_3COOH) dan diaduk selama 30 menit dengan stirer magnetik. Kemudian ditambahkan 0,5 g karbon aktif kedalam sampel selama 3 menit dan disaring dengan kertas saring whatman no. 42. Ekstrak siap untuk dianalisis kandungan Sulfatnya. Kemudian dilakukan tiga kali pengulangan

3.3.2.2. Penentuan Kestabilan Warna

Dipipet 10 mL larutan standar sulfat dengan konsentrasi 20 mg/L dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 50 mL. Kemudian ditambahkan 1 mL larutan asam induk (campuran larutan standar sulfat dan HCl 37%) lalu diaduk. Setelah itu ditambahkan 0,5 g kristal $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan didiamkan selama 1 menit, lalu diaduk sampai kristal larut sempurna. Diukur serapan larutan dengan panjang gelombang 420 nm setiap interval waktu 1 menit selama 15 menit. Ditentukan interval terjadinya kestabilan warna berdasarkan absorbannya.

3.3.2.3. Penentuan Panjang Gelombang Optimum

Dipipet 10 mL larutan standar sulfat dengan konsentrasi 20 mg/L dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 50 mL Kemudian ditambahkan 1 mL larutan asam induk (campuran larutan standar sulfat dan HCl 37%) lalu diaduk. Setelah itu ditambahkan 0,5 g kristal

BaCl₂ 2H₂O dan didiamkan selama 1 menit, lalu diaduk sampai kristal larut sempurna. Dilakukan pengukuran absorbansi larutan standar pada panjang gelombang 400, 405, 410, 415, 420, 425, 430, 435, dan 440 nm. Panjang gelombang dengan absorbansi maksimum dianggap sebagai panjang gelombang optimum.

3.3.2.4. Pembuatan Kurva Standar

Dipipet 0; 2; 5; 10; 15; dan 20 mL larutan standar SO₄⁻² 100 mg/L, lalu dimasukkan kedalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dan sebagai blanko digunakan akuades. Kemudian ditambahkan 0,5 g karbon aktif kedalam larutan standar dan diaduk masing-masing 3 menit. Larutan lalu disaring dengan kertas saring whatman no. 42 yang telah dicuci dengan larutan (0,5 M NH₄OAc + 0,25 M CH₃COOH). Setelah itu dipipet 10 mL larutan standar kerja tersebut lalu dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 50 mL dan ditambahkan 1 mL larutan asam induk dan diaduk. Lalu ditambahkan 0,5 g kristal BaCl₂ 2H₂O dan didiamkan selama 1 menit lalu diaduk sampai kristal larut sempurna. Diukur absorbansinya selama selang waktu 4 sampai 8 menit dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm. Kemudian dibuat kurva kalibrasi standar antara absorbansi terhadap konsentrasi.

3.3.2.5. Pengukuran Sulfat Larutan Sampel

Dipipet 10 mL filtrat kedalam Erlenmeyer 50 mL dan ditambahkan 1 mL larutan asam induk dan diaduk. Lalu ditambahkan 0,5 g kristal BaCl₂ 2H₂O dan didiamkan selama 1 menit lalu diaduk sampai kristal larut sempurna. Diukur absorbansinya selama selang waktu 4 sampai 8 menit dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm.