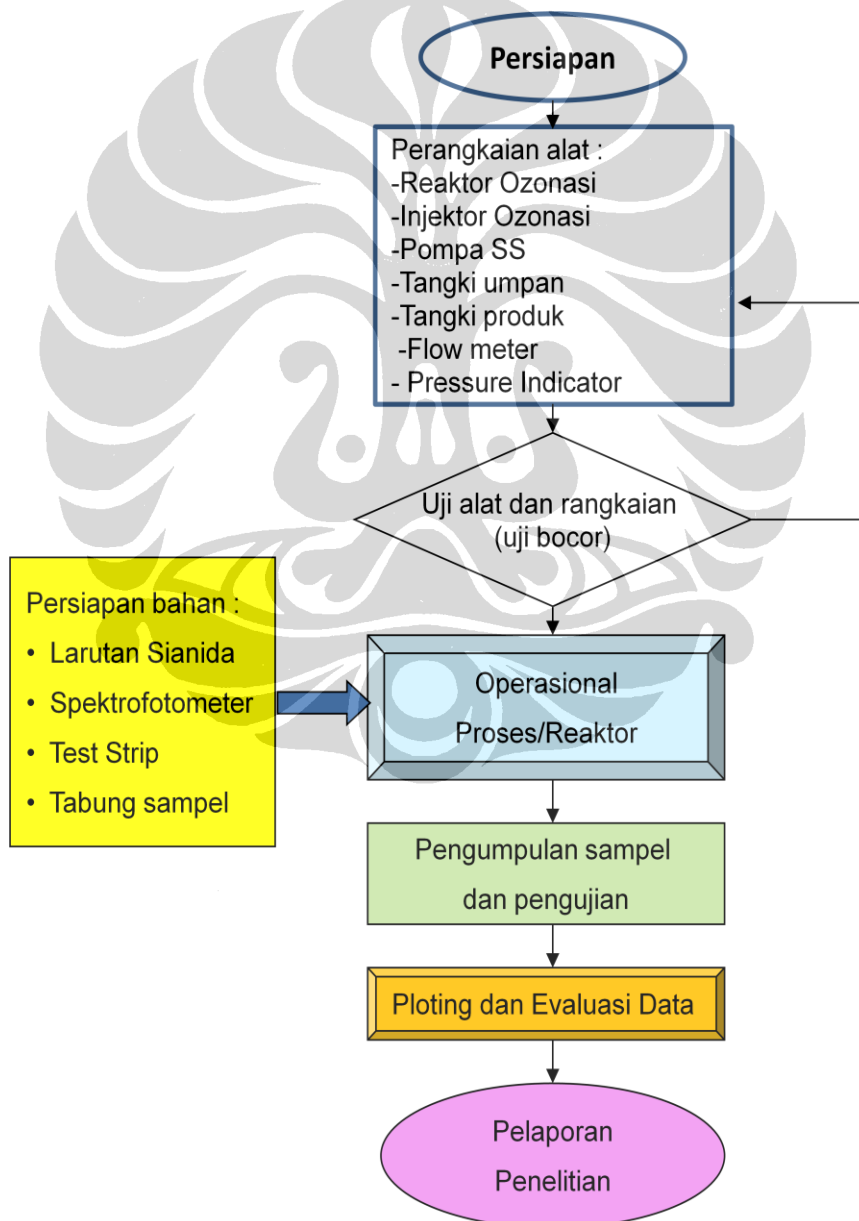


3. METODE PENELITIAN

Bab ini menjelaskan pekerjaan penelitian yang akan dilakukan mulai dari persiapan alat dan bahan, bahan dan alat uji yang digunakan serta pengolahan data.

3.1 Rancangan Penelitian

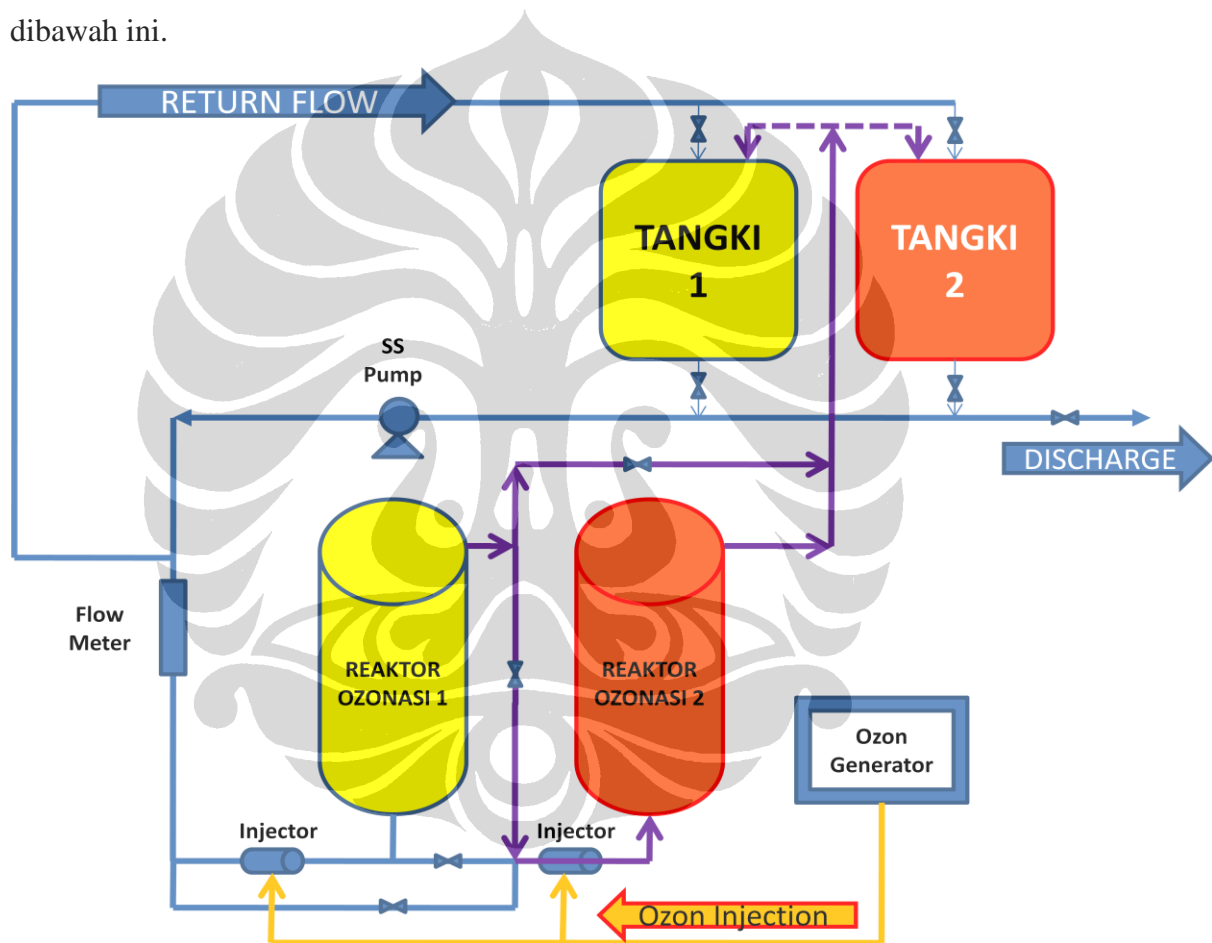
Penelitian dilakukan dalam skala laboratorium/semi pilot dengan mengambil model pengolahan yang akan diterapkan pada skala sesungguhnya dengan skema penelitian seperti pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

Sebagai acuan dibuat konsentrasi sianida (KCN) untuk uji penurunan konsentrasi sianida pada reaktor, dengan konsentrasi umpan 5 mg/L dan 10 mg/L dengan mempertimbangkan tingkat bahaya larutan ini pada konsentrasi yang tinggi. Variasi dilakukan pada laju alir umpan yang berpengaruh terhadap kemampuan injektor untuk melarutkan ozon pada larutan yang dilewatkan. Seperti telah diungkapkan pada bagian 2 bahwa reaksi sianida dengan ozon tidak dipengaruhi oleh temperatur sehingga hanya akan dilakukan pengujian pada temperatur lingkungan (ambien).

Skema peralatan penelitian beserta alirannya digambarkan pada Gambar 3.2. dibawah ini.



Gambar 3.2 Skema Proses Percobaan

Variabel yang divariasikan adalah laju alir pompa yang mempengaruhi laju injeksi dan dosis ozon pada bilik-bilik reaksi (*CT Value*) dengan memperhatikan tingkat penurunan konsentrasi CN⁻ pada hasil akhir, dan konsentrasi sianida pada umpan untuk

kondisi pH asam, dan basa. Hasil yang ingin dicapai adalah waktu yang dibutuhkan untuk destruksi CN- menjadi 0,5 mg/L.



Gambar 3.3 Foto Peralatan Percobaan

3.2 Deskripsi Peralatan

Alat yang di gunakan pada penelitian ini terdiri dari tiga komponen utama, yaitu pembangkit ozon, reaktor ozon dan tangki penampung dan perpipaannya.

3.2.1. Pembangkit Ozon menggunakan transformator *Neon Sign*

Sebagai pembangkit ozon digunakan sistem ozon generator tegangan tinggi menggunakan *neon sign transformer* (NST) yang umumnya digunakan sebagai sumber daya bagi papan iklan atau *neon sign*. Alat NST ini akan mengkonversi masukan tegangan listrik 220 V menjadi tegangan 15.000 Volt pada operasi 2 Ampere (di tempatkan Voltmeter dan Ampermeter pada pembangkit ozon). Tegangan yang tinggi ini akan diatur oleh rangkaian listrik pengatur yang akan menghasilkan *corona discharge* melalui lilitan kawat spiral pada tabung gelas sebagai *dielektrik* dengan inti alumunium berongga untuk mengalirkan udara kering sebagai tempat dibangkitkannya ozon.

Peralatan pembangkit ozon ini cukup sensitif terhadap naik turunnya tegangan listrik, terutama NST yang mudah rusak pada tegangan yang tidak stabil dan tidak dapat

diperbaiki, untuk itu diperlukan regulator tegangan untuk menjaga tegangan agar tetap stabil pada 220 Volt.

3.2.2. Reaktor Ozon menggunakan injektor

Proses ozonisasi senyawa sianida akan berlangsung pada reaktor ini dengan komponen utama terdiri dari :

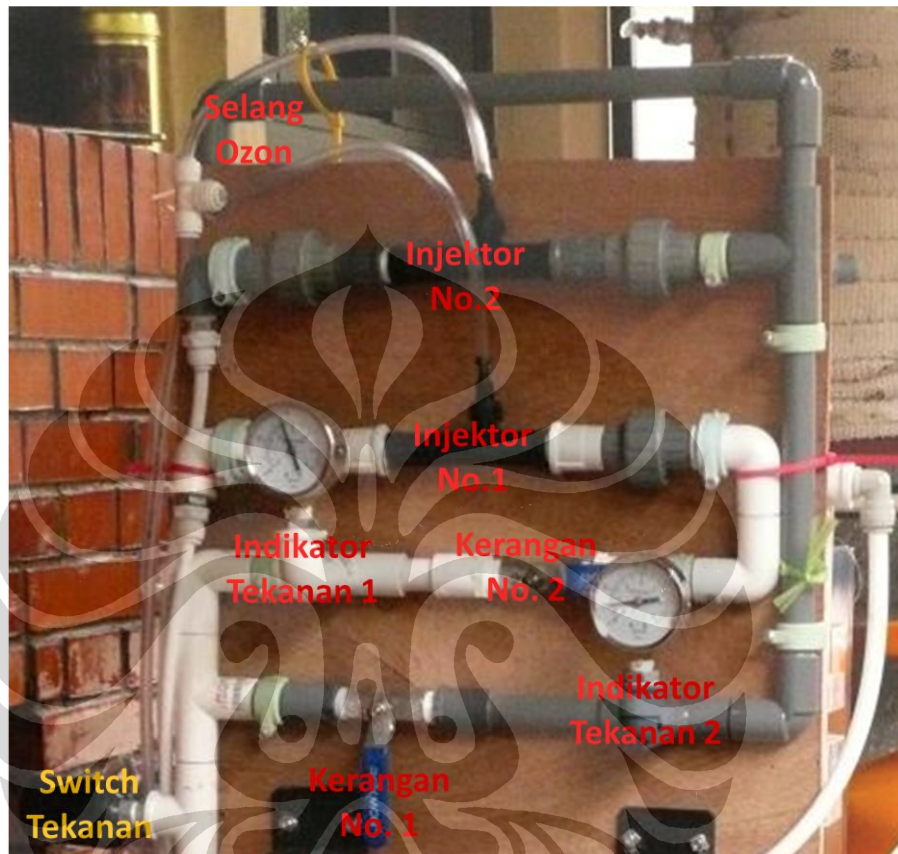
- Pompa SS dengan kapasitas maksimum 11 liter/menit
- Pengatur dan pengukur laju alir
- Keran SS ½ inchi 4 unit sebagai pengatur aliran seri atau parallel
- Indikator tekanan untuk tiap aliran (2 unit) tekanan maksimum 6 bar
- Injektor PVDF ½ inchi untuk tiap aliran (2 unit)
- Reaktor tubular bahan fiberglass 2 unit

Rangkaian sistem reaktor ozon beserta komponennya ini disajikan pada

Gambar 3.4. dan 3.5. di bawah ini.



Gambar 3.4 Foto Pompa SS, Reaktor Tubular Fiberglass dan Flowmeter



Gambar 3.5. Injektor, Pengatur Aliran Seri dan Paralel, Switch Tekanan Pompa, dan Indikator Tekanan

3.2.3. Tangki Penampung Umpan dan Produk

Dua tangki ditempatkan untuk pengaturan umpan dan produk baik pada sistem sirkulasi maupun *cascade* seperti gambar 3.6 di bawah ini.



Gambar 3.6. Tangki Umpan dan Produk dan Sistem Perpipaan

3.3 Tahap Percobaan

3.3.1. Penyiapan bahan kimia untuk larutan senyawa sianida

Bahan kimia yang dibutuhkan untuk penelitian ini adalah senyawa sianida (KCN) sebagai larutan uji dan basa kalium (KOH) sebagai pengatur pH. Jumlah senyawa sianida yang dibutuhkan pada jumlah larutan yang ditetapkan (lebih kurang setengah kapasitas tangki 250 liter, yaitu 130 liter, dengan pertimbangan pada laju optimal ozonasi 6,5 liter/menit akan habis dalam waktu 20 menit).

Penimbangan bahan kimia dilakukan dengan menggunakan botol gelas dengan tutup Teflon agar tidak bereaksi dengan KCN. Karena penelitian ini menggunakan volume cukup besar yaitu 130 liter, maka timbangan yang digunakan cukup pada 2 angka di belakang koma. Sedangkan basa KOH di timbang sebanyak 5 gram kemudian di larutkan pada larutan yang mempunyai pH awal 5, diperlukan 25 gram untuk menaikkan sampai pH lebih kurang 8, dan 50 gram untuk menaikkan sampai pH lebih kurang 10.

3.3.2. Pengukuran konsentrasi ozon terlarut di air

3.3.2.1. Alat uji dan bahan

Konsentrasi ozon terlarut di air menjadi salah satu parameter kunci pada penelitian unjuk kerja reaktor ozonisasi ini, karena semakin besar ozon dapat terlarut akan berperan dalam reaksi destruksi sianida. Alat uji untuk ozon terlarut digunakan *Exact micro7+ spektrofotometer* buatan Industrial Testing System (ITS) seperti pada gambar 3.7 dengan reagen khusus untuk ozon dan total klor (DPD4-#486670).



Gambar 3.7 Foto Alat Uji Ozon Terlarut (Exact Micro7+ Spektrofotometer)

3.3.2.2. Prosedur pengujian dan pengukuran

Pengukuran konsentrasi ozon terlarut menggunakan *Exact micro7+* adalah dengan langkah sebagai berikut :

1. Nyalakan alat *Exact micro 7+* dengan menekan tombol *on/zero*.
2. Pilih menu CL1 dengan menekan tombol menu untuk mode pengukuran konsentrasi ozon pada panjang gelombang yang sudah di set pada alat.
3. Isi tempat sampel dengan larutan yang akan di uji kemudian dibuang ke tempat penampungan sebanyak 3 kali sebagai pembilasan, kemudian isi larutan yang akan di uji sebanyak 4 ml sampai wadah tempat sampel (*sample port*) penuh.
4. Tekan tombol *on/zero* sehingga angka di display menunjukkan angka 0.
5. Siapkan reagen strip ozon, masukkan ke wadah tempat sampel yang telah berisi larutan yang akan di uji sambil menekan tombol *read* (pembacaan), sehingga display akan menunjukkan angka penunjuk waktu 20 detik yang akan terus berkurang samapai angka 1 detik, pada saat angka penujuk waktu bergerak sampai dengan angka 1, reagen strip digerakkan ke depan dan ke belakang untuk melarutkan bahan yang ada di strip.
6. Pada saat display menunjukkan angka 1 singkirkan strip dari wadah tempat sampel, display cahaya fotometer akan menyala dan display akan menunjukkan nilai ozon terlarut.

7. Tekan kembali tombol read sehingga alat *Exact micro7+* ini akan mengukur ulang kelarutan ozon di larutan sampel. Ulangi pembacaan dengan menekan tombol read sampai di dapatkan selisin pembacaan sebesar 0,01 sebagai hasil pengukuran.

3.3.3. Pengukuran konsentrasi sianida dan ozon terlarut di air

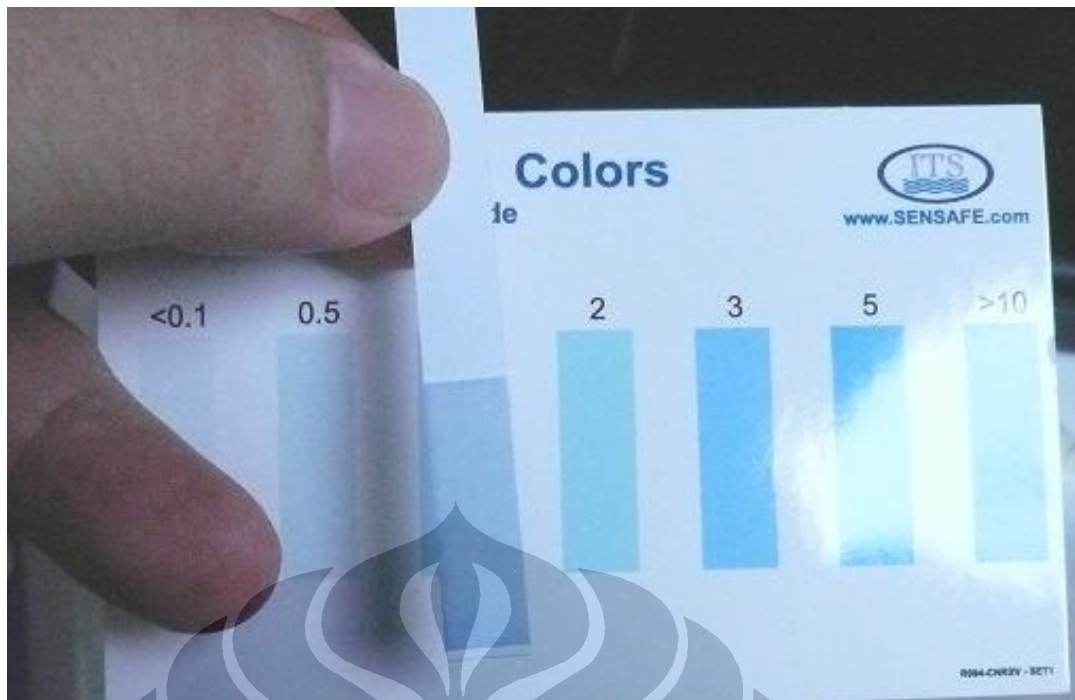
3.3.3.1. Alat uji dan bahan

Alat uji yang digunakan untuk konsentrasi sianida adalah test strip sensafe dari Industrial Testing System (ITS) yang terdiri dari *reagen strip* #1 (diimpregnasi dengan kloramin tetra hidrat yang mengkonversi sianida menjadi sianogen klorida, serta basa tunggal dan basa ganda pospat sebagai penyangga (buffer) pH yang dibutuhkan pada pembentukan sianogen klorida) dan *reagen strip* #2 (diimpregnasi dengan asam isonikotinic dan asam 1,3 dimetilbarbiturik).

3.3.3.2. Prosedur pengujian dan pengukuran

Prosedur pengujian menggunakan *reagen strip* ini :

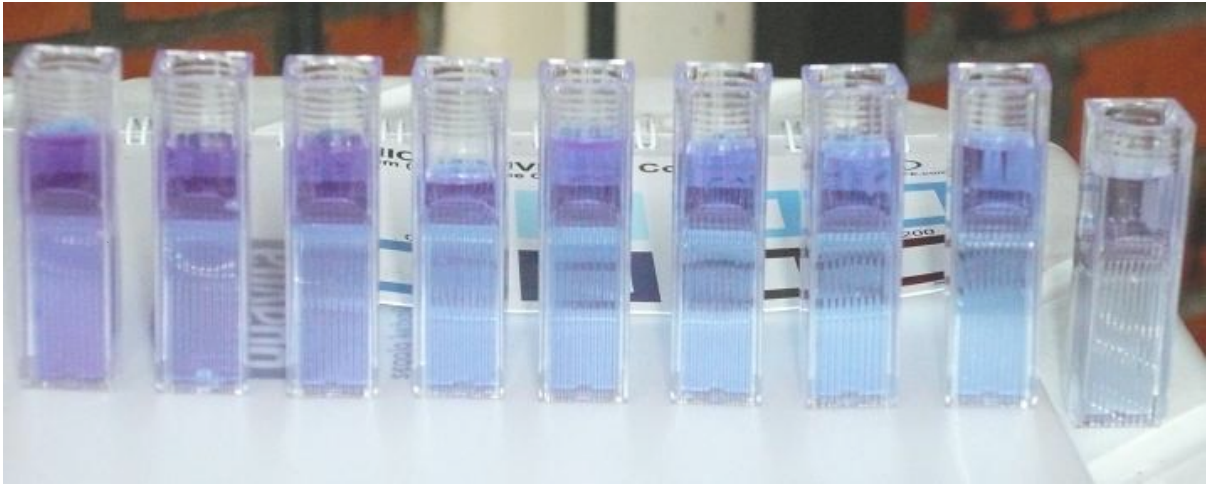
1. Bersihkan *microcuvette*, dan isi dengan 2 ml larutan yang akan diuji menggunakan pipet plastik yang disiapkan pada paket *reagen strip*.
2. Celupkan *reagen strip* #1 pada *microcuvette* selama 30 detik dengan gerakan yang konstan ke atas dan ke bawah sampai menyentuh dasar *microcuvette*, gerakan pencelupan ini harus konstan pada kecepatan 1 celupan perdetik, kemudian singkirkan *reagen strip* #1 dari *microcuvette*.
3. Celupkan reagen strip #2 pada *microcuvette* selama 30 detik dengan gerakan yang konstan ke atas dan ke bawah sampai menyentuh dasar *microcuvette*, gerakan pencelupan ini harus konstan pada kecepatan 1 celupan perdetik, seperti pada *reagen strip* #1, setelah 30 detik angkat strip #2, goyangkan sekali strip untuk menyingkirkan kelebihan cairan, kemudian segera bandingkan warna yang terbentuk pada strip #2 dengan pembanding warna "*ReagentStripTM Color*" untuk mendapatkan hasil pengukuran semi kuantitatif seperti pada gambar 3.8. di bawah ini. Setelah 10 menit warna larutan dalam *microcuvette* juga dapat dibandingkan dengan pembanding warna *microcuvette* seperti pada gambar 3.9.



Gambar 3.8 Foto Alat Uji Sianida (Test Strip)



Gambar 3.9 Foto Alat Uji Sianida (*Microcuvette*)



Gambar 3.10. Foto Gradasi Warna Pada Alat Uji Sianida (*Microcuvette*)

3.4 Pengambilan dan Pengolahan Data

Asumsi awal pada penelitian ini adalah reaksi berorde satu terhadap ozon dan berorde nol terhadap sianida. Reaktor ozonisasi dianggap sebagai reaktor CSTR (*Continuous Stirred Tank Reactor*) sehingga dua metode reaksi diterapkan pada sistem ozonisasi yaitu seri dan paralel pada sistem sirkulasi dan sistem *cascade*.

Data yang akan didapat diplot sebagai kurva konsentrasi sianida sisa terhadap waktu. Sehingga dari kurva penurunan konsentrasi sianida terhadap waktu ini memberi gambaran perbandingan unjuk kerja reaktor dengan moda seri dan paralel serta sistem sirkulasi dan *cascade*.