BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dimulai pada bulan Februari 2018 sampai dengan Juli 2018. Penelitian dilakukan di PT. Pupuk Sriwidjaja Palembang, Sumatra Selatan.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah labu ukur, pipet tetes, gelas beker, penjepit aligator, selang, *power supply*, gelas ukur, erlenmeyer dan *stainless steel* sebagai elektroda

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini *Demin Water*, Kalium Hidroksida (KOH), Limbah Ammonia, Amonium Klorida (NH₄Cl), dan *Reagen Nessler*.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Proses Elektrolisis

Elektrolisis dilakukan pada bejana sepertipada gambar 2. Elektroda yang digunakan berupa elektroda *Stainless Steel* yang diletakan pada dua sisi yang berlawanan. Kedua elektroda tersebut dihubungkan dengan catu daya digital yang dilengkapi Amperemeter dan Voltmeter. Selanjutnya elektroda dimasukkan ke dalam larutan elektrolit dengan jarak antara kedua elektroda adalah 2 cm.

Proses elektrolisis dilakukan padaarus, waktu dan pH yang bervariasi. Sebelum proses elektrolisis dilakukan, dianalisis kadar awal ammonia padalimbah. Ketika proses elektrolisis dimulai, waktu dicatatdan gas hidrogen akan secara otomatis mengalir ke dalam selang yang berisi air. Volume air yang terdesak oleh gas hidrogen ditampung dalam gelas wadah untuk selanjutnya diukur volume yang dihasilkan menggunakan gelas ukur.



Gambar 2. Bejana Elektrolisis

3.3.1.1 Elektrolisis Limbah Ammonia pada Waktu Bervariasi

Pada 100 mL air limbah ammonia dilakukan proses elektrolisis pada waktu 15; 30; 45; 60; 75 dan 90 menit dengan kuat arus 2 A. Jumlah gas hidrogen yang dihasilkan pada setiap variasi ditampung dan diukur serta dicatat volumenya pada setiap 5 menit sekali, demikian pula tegangan yang dihasilkan. Sisa limbah hasil elektrolisis disimpan untuk selanjutnya dianalisis kadar ammonia tersisa.

3.3.1.2Elektrolisis Limbah Ammonia pada Kuat ArusBervariasi

Pada 100 mL air limbah ammonia dilakukan proses elektrolisis pada arus1; 2; 3,4 dan 5A selama 30 menit. Jumlah gas hidrogen yang dihasilkan pada setiap variasi ditampung dan diukur dandicatat volumenya pada setiap 5 menit sekali, demikian pula tegangan yang dihasilkan. Sisa limbah hasil elektrolisis disimpan untuk selanjutnya dianalisis kadar ammonia tersisa.

3.3.1.3 Elektrolisi Limbah Ammonia pada pH Bervariasi

Pada 100 mL air limbah ammonia dilakukan proses elektrolisis pada pH 9, 10 dan 11selama 30 menit. Jumlah gas hidrogen yang dihasilkan pada setiap variasi ditampung dan diukur serta dicatat volumenya pada setiap 5 menit sekali, demikian pula tegangan yang dihasilkan. Sisa limbah hasil elektrolisis disimpan untuk selanjutnya dianalisis kadar ammonia tersisa.

3.3.2 Analisis Kadar Ammonia Sisa

3.3.2.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Alat spektrofotometer disiapkan sesuai dengan petunjuk alat untuk pengujian kadar ammonia. Pembuatan kurva kalibrasi menggunakan larutan standar baku ammonia 1000 ppm. Larutan standar baku ammonia 1000 ppm diambil 1 mL kedalam labu ukur 100 mL, ditambahkan dengan *demin water* sampai tanda batas, sehingga didapatkan konsentrasi larutan menjadi 10 ppm. Kemudian, larutan standar ammonia 10 ppm dipipet sebanyak 1; 2; 3; 4; dan 5 mL masing-masing kedalam labu ukur 50 mL. Selanjutnya tambahkan masing-masing 1 mL larutan *reagen nessler*, lalu ditambahkan dengan menggunakan *demin water* sampai tanda batas dan diaduk hingga homogen. Kemudian didiamkan selama 10 menit untuk pembentukan warna, lalu diukur nilai absorbansinya dengan alat spektrofotometer dengan panjang gelombang 460 nm dan buat kurva kalibrasinya.

3.3.3Analisis Kadar Ammonia Sisa pada Limbah

Pipet *demin water* 2mL dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL (sebagai blanko). Larutan sampel diambil sebanyak 0,02 mL dimasukkan labu ukur 50 mL kemudian masing-masing ditambahkan 1 mL larutan nessler reagen, dan masing-masing ditambahkan dengan *demin water* hingga tanda batas lalu dihomogenkan, didiamkan selama 10 menit untuk pembentukan warna. Kemudian diukur nilai absorbansi dengan alat spektrofotometer dengan panjang gelombang 460 nm digunakan sebagai blanko untuk "0" absorbansi.

3.3.4 Analisis Data

3.3.4.1 Perhitungan Energi Listrik per volume dan per massa gas Hidrogen yang diperlukan (Malina, Wahyudi, & Yuliati, 2013).

Energi listrik yang diperlukan per volume gas hidrogen dihitung berdasarkan rumus:

$$E = \frac{P x t}{\text{volume gas Hidrogen}} \qquad(1)$$

Keterangan:

E= Densitas energi (Joule /L)

P = Daya listrik (watt)

t = Waktu (detik)

Vgas = Volume gas Hidrogen (L)

Energi listrik yang diperlukan per massa gas Hidrogen dihitung berdasarkan rumus :

$$m = \frac{P \times V \times Mr}{R \times T} \qquad \dots (2)$$

Keterangan:

P= Tekanan (atm)

V = Volume(L)

R= Konstanta $(0.082 \text{ L atm mol}^{-1} \text{ K}^{-1})$

T = Suhu(K)

mr = massa molekul relatif

m = Massa (gram)

$$E = \frac{P \times t}{m} \qquad \dots (3)$$

Keterangan:

E = Densitas energi (Joule /g)

P = Daya listrik (watt)

t = Waktu (detik)

m = Massa (gram)

3.3.4.2 Perhitungan kadar amonia sisa

Kadar amonia dihitung dengan rumus:

$$Kadar \ NH_3 \ (mgN/L) = \frac{Abs \ x \ 1000 \ x \ 0.5 \ x \ Pengenceran}{V \ sampel} \qquad(4)$$

Keterangan:

Abs = Absorbansi

Vsampel = Volume Sampel (mL)

Pengenceran = 1