

### III. METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat

Waktu pelaksanaan penelitian dilakukan pada bulan Juli-Desember 2012 bertempat di empat lokasi digester biogas skala rumah tangga yang aktif beroperasi di Provinsi Lampung, Laboratorium Rekayasa Pengolahan Limbah, Jurusan Teknik Pertanian dan Laboratorium Pengolahan Limbah Agroindustri, Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Pertanian, Universitas Lampung.

#### 3.2 Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang diperlukan adalah instalasi biogas aktif, sampel gas bio dari setiap digester, limbah inlet dan outlet, kromatografi gas *GC-2014 Shimidzu*, PH meter HM-50G, HACH DR 4000 spektrofotometer, labu ukur, pipet volume, pemanas dengan lubang-lubang penyangga tabung, labu ukur 100 ml, tabung pencernaan, larutan pencernaan ( $Kr_2Cr_2O_7 + H_2SO_4 + Hg_2SO_4 + Ag_2SO_4$ ), *syringe*, tabung refluks, gelas ukur, stopwatch, manometer U, ember, plastik, perekat, cawan petri, oven, timbangan digital, tanur (*furnace*), tisu, air suling, *bag vacuum*, tas penyimpanan gas (*sample bag*), dan peralatan keselamatan lab.

Terdapat dua jenis instalasi biogas (reaktor) yang diteliti, yakni *baloon types digester* yang berbahan plastik dan *fixed dome digester* yang berbahan beton batu bata. Digester

tipe fixed dome berlokasi di Desa Pesawaran Indah, Kecamatan Padang Cermin, Kabupaten Pesawaran. Sedangkan digester tipe plastik berlokasi di Desa Marga Lestari, Kelurahan Jati Agung, Kabupaten Lampung Selatan.

### **3.3 Data Primer dan Data Sekunder**

Jenis data yang digunakan terbagi menjadi dua yakni, data primer dan data sekunder.

Data primer diperoleh dari metode pengukuran langsung di lapangan dan di laboratorium.

Data primer yang diukur yakni: data produksi biogas, komposisi biogas, kandungan total padatan terlarut (*total solid* - TS), kandungan padatan yang menguap (*volatile solid* - VS), kandungan abu serta (*Fixed Solid*-FS), dan *chemical oxygen demand* (COD).

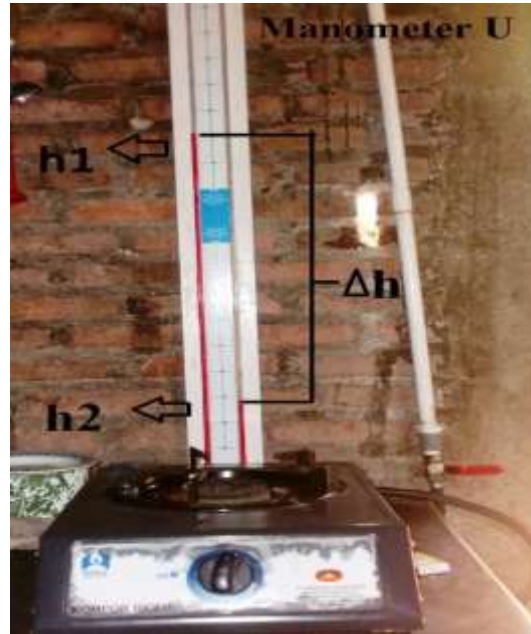
Data sekunder merupakan data yang diperoleh melalui pencarian statistik dan literatur.

Data sekunder yang dibutuhkan adalah data statistik populasi sapi dan kerbau, nilai parameter emisi GRK, nilai kalori bahan bakar, densitas zat, dan kadar N, P, dan K pada ampas biogas (*slurry*).

### **3.4 Metodologi Penelitian**

#### **3.4.1 Pengukuran Produksi Biogas**

Tahapan pertama dalam metode yang dilakukan dalam penelitian ini adalah mengukur volume produksi biogas yang dihasilkan oleh digester biogas berbahan baku kotoran sapi berskala rumah tangga. Pengukuran dilakukan dengan mengukur tekanan biogas yang memanfaatkan alat ukur manometer U pada digester *fixed dome plant*. Produksi pada digester *baloon type* dianggap sama dengan produksi harian *fixed dome plant*.



Gambar 1. Manometer U

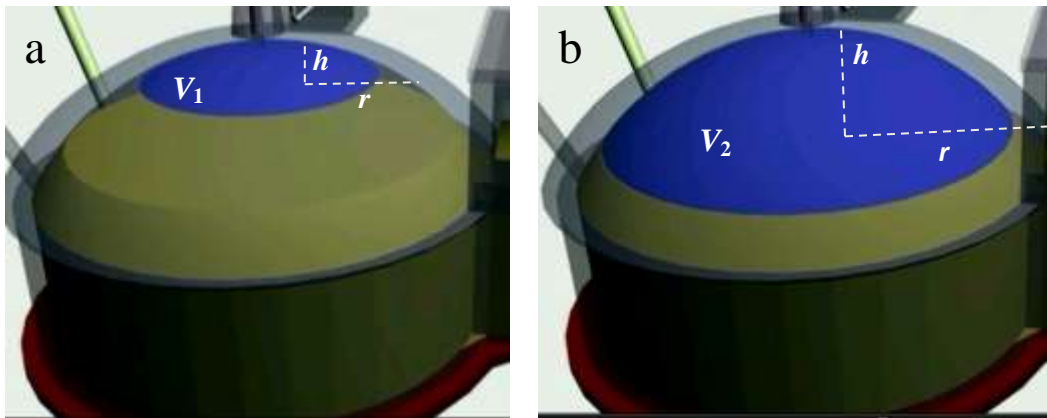
Produksi biogas diukur dengan memanfaatkan beda ketinggian air manometer U yang terpasang pada instalasi biogas. Seperti ditunjukkan pada Gambar 10, beda tinggi manometer U dituliskan sebagai  $\Delta h$ , yang merupakan jarak terukur dari  $h_1$  hingga  $h_2$ . Volume reaktor ( $V$ ) dihitung dengan memasukkan variabel tinggi gas di dalam kubah ( $h$ ) dan jari-jari kubah ( $r$ ). Ketinggian permukaan air di dalam ruang anaerob ( $h$ ) dapat dideteksi karena jaraknya akan sama dengan beda tinggi pada manometer. Produksi gas didapatkan dari perhitungan volume kubah/bola terpenggal (Svirin, 2004), pada persamaan 25 berikut :

$$\text{Volume reaktor} = \frac{\pi}{6} h (3r^2 + h^2) \dots\dots\dots(25)$$

Pembacaan selisih tinggi fluida ( $\Delta h$ ) manometer dilakukan dalam jangka waktu tertentu setelah gas digunakan untuk memasak ( $\Delta h_1$ ) hingga biogas akan digunakan kembali

( $\Delta h_2$ ). Setelah  $V_1$  dan  $V_2$  dihitung, maka produksi biogas didapatkan dengan mengurangi selisih antara keduanya, ditunjukkan pada persamaan 26.

$$\text{Produksi gas} = V_2 - V_1 \dots\dots\dots(26)$$



Gambar 2. Skema Produksi Biogas Pada Ruang Penyimpan Gas, (a) setelah digunakan  $\Delta h_1$  dan (b) saat akan digunakan  $\Delta h_2$

### 3.4.2 Komposisi Biogas

Komposisi biogas diukur dengan menggunakan alat kromatografi gas, *Gas Chromatography*– GC2014 *Shimadzu*. Alat ini akan mendeteksi komponen gas-gas berupa metana, karbondioksida, dan nitrogen serta menampilkannya dalam bentuk grafik persentase volume gas. Alat kromatografi gas (Gambar 12 a ) terdiri dari pencadangan gas pembawa (*syringe*), lubang penyuntikan gas, kolom pemisah zat, alat detektor dan alat pencatat. Kolom pemisah zat yang digunakan adalah jenis kolom zink karbon, sedangkan detektor yang digunakan berjenis TCD atau *Thermal Conductivity Detector*. Pertama-tama biogas diambil menggunakan *syringe* dari *sample bag* yang diisi sampel biogas dari masing-masing reaktor sebanyak 0,5 ml. Lalu gas diinjeksikan melalui lubang

penyuntikan gas (Gambar 12b) untuk dipanaskan dan dipisahkan zat-zatnya di daerah kolom pemisah zat.



Gambar 3. (a) *Gas Chromatography 2014 Shimidzu*, (b) *Pencadang Gas Pembawa - Siring* (c) *Lubang injeksi*

Detektor akan membaca setiap komponen zat yang dikandung. Pengukuran komposisi gas menggunakan sampel gas bio dari setiap digester dengan pengulangan 3 kali. Rata-rata persentase metana yang terbaca akan digunakan untuk menghitung total produksi metana dan potensi GWP yang dapat direduksi (Persamaan 20).

### 3.4.3 Pengukuran TS dan VS Bahan Baku Biogas

Pengukuran padatan atau *Total Solid (TS)* dan *Volatile Solid (VS)* dilakukan untuk menghitung jumlah kotoran kering yang mampu dihasilkan pertahun dan mengukur kemampuan degradasi limbah oleh reaktor. Reaktor biogas menghasilkan output hasil samping berupa ampas kotoran yang telah terfermentasi dalam kondisi kehilangan gas-gas beracun. Ampas tersebut dimanfaatkan menjadi kompos yang diperhitungkan sebagai limbah kotoran kering.

Nilai TS diperoleh dengan melakukan pengukuran langsung di laboratorium. Metode pengujian TS dan VS adalah sebagai berikut:

1. Homogenkan limbah inlet dan limbah outlet
2. Siapkan cawan petri yang bersih dan sudah ditimbang ( $W_0$ )
3. Masukkan kedua jenis limbah ke dalam cawan petri sebanyak 25 ml, masing-masing 3 kali ulangan, timbang ( $W_1$ ).
4. Masukkan ke dalam oven pada suhu  $85^\circ\text{C}$  selama 40 jam.
5. Setelah 40 jam, ambil cawan petri + residu dan masukkan ke dalam desikator, setelah dingin lalu ditimbang ( $W_2$ ).
6. Bakar cawan petri + residu menggunakan tanur (*furnace*) pada suhu  $550^\circ\text{C}$  hingga menjadi abu, kurang lebih 35 menit.
7. Keluarkan cawan petri + abu dari furnace lalu masukkan ke dalam desikator, diamkan hingga suhu normal lalu timbang ( $W_3$ ).

TS dan VS dihitung dengan menggunakan rumus berikut:

$$\text{Total Solid (TS)} = W_2 - W_0 \quad \dots\dots\dots (27)$$

$$\text{Kadar abu (TFS)} = W_3 - W_0 \quad \dots\dots\dots (28)$$

$$\text{Total Volatile Solid (VS)} = \text{TS} - \text{TFS} \quad \dots\dots\dots (29)$$

Nilai TS yang dikalikan dengan produksi kotoran basah sapi, akan menunjukkan nilai kotoran kering limbah biogas. Nilai tersebut akan dikonversi setara dengan jumlah pupuk kimia N,P, dan K yang mampu direduksi. Selanjutnya nilai penurunan emisi GWP dari reduksi NPK akan ditunjukkan setara  $\text{CO}_2$  dan  $\text{N}_2\text{O}$ .

#### 3.4.4 Pengukuran Derajat Keasaman (PH)

Pengukuran PH dilakukan menggunakan alat PH meter jenis HM 50G. Prosedur pengukuran sesuai dengan SNI 06-6989.11-2004 mengikuti metode berikut ini:

1. Lakukan kalibrasi alat PH meter dengan larutan penyangga.
2. Keringkan elektroda dengan kertas tisu selanjutnya bilas dengan air suling.
3. Siapkan limbah pada gelas ukur 500 ml, isi setengah penuh.
4. Celupkan elektroda ke dalam sampel uji hingga PH meter menunjukkan pembacaan yang tetap.
5. Catat hasil pembacaan pada tampilan PH meter.

#### 3.4.5 Pengukuran COD

*Chemical Oxygen Demand* (COD) atau nilai kebutuhan oksigen kimiawi limbah merupakan jumlah oksidan  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  yang bereaksi dengan contoh uji dan dinyatakan sebagai mg oksigen untuk setiap 1000 mL contoh uji. Jumlah oksidan yang dibutuhkan dinyatakan dalam ekuivalen oksigen ( $\text{O}_2$  mg/L) diukur secara spektrofotometri sinar tampak menggunakan HACH DR 4000 spektrofotometer. Pengukuran COD dilakukan sesuai dengan standar SNI 06-6989.2-2004. Contoh uji sampel limbah biogas memiliki nilai COD yang tinggi, sehingga dilakukan pengenceran terlebih dahulu sebelum pengujian.

Sebelum masuk ke dalam metode pengukuran COD, terlebih dahulu dibuat larutan pencerna(digestion solution) pada kisaran konsentrasi tinggi dan larutan pereaksi asam sulfat. Cara pembuatan yaitu:

1. Larutan pencerna (digestion solution) pada kisaran konsentrasi tinggi.

Tambahkan 10,216 g  $K_2Cr_2O_7$  yang telah diringkan pada suhu  $150^\circ C$  selama 2 jam ke dalam 500 mL air suling. Tambahkan 167 mL  $H_2SO_4$  pekat dan 33,3 g  $HgSO_4$ .

Larutkan, dan dinginkan pada suhu ruang dan encerkan sampai 1000 mL.

2. Larutan pereaksi asam sulfat

Tambahkan serbuk atau kristal  $Ag_2SO_4$  teknis ke dalam  $H_2SO_4$  pekat dengan perbandingan 5,5 g  $Ag_2SO_4$  untuk tiap satu kg  $H_2SO_4$  pekat. Biarkan satu sampai dua jam sampai larut, aduk.

Prosedur pengujian COD dilakukan dengan tahapan berikut ini:

1. Homogenkan sampel uji (limbah kotoran sapi outlet dan inlet).
2. Cuci tabung refluks dan tutupnya dengan  $H_2SO_4$  20% sebelum digunakan.
3. Encerkan sampel uji sebanyak 25 kali pengenceran. Caranya dengan mengambil campuran homogen limbah sebanyak 4 mL lalu dicampurkan dengan aquades hingga 100 mL. Aduk hingga homogen.
4. Pipet 2,5 mL contoh uji dan tambahkan 1,5 mL larutan pencerna dan tambahkan larutan pereaksi asam sulfat sebanyak 3,5 mL ke dalam tabung.
5. Tutup tabung dan kocok perlahan hingga homogen.
6. Letakkan tabung pada pemanas yang telah dipanaskan pada suhu  $150^\circ C$ , refluks dilakukan selama 2 jam.
7. Setelah 2 jam dinginkan tabung berisi contoh uji.
8. Masukkan tabung berisi contoh uji satu per satu ke dalam alat spektrofotometer.



9. Catat pembacaan nilai COD.

### **3.5 Analisis Data**

Data yang diperoleh akan dianalisis dengan menggunakan perhitungan potensi penurunan biogas skala rumah tangga dengan menggunakan persamaan 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, dan 23 dan ditampilkan dalam bentuk grafik dan tabel