

BAB III. METODE PENELITIAN

A. Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan di laboratorium analisis dan pengolahan limbah serta laboratorium analisis instrumentasi yang ada di Universitas Setia Budi Surakarta.

B. Tata Laksana Penelitian

1. Alat dan bahan

a. Alat penelitian

Alat penelitian yang digunakan pada penelitian ini adalah bejana plastik penampung air limbah dengan volume 250 liter (Profil Tank), bejana elektrooksidasi yang berupa bak kaca dengan ukuran $(p \times l \times t) = (60 \times 30 \times 18)$ cm, elektroda batang grafit yang diambil dari baterai bekas dengan ukuran diameter 8 mm dan panjang 75 mm, adaptor (Dakai 30 ampere), Flow meter (Dijiang ZJ-LCD-M), pompa air (Shimizu PS-128-BIT), bejana fitoremediasi yang terbuat dari kayu dilapisi plastik MMT dengan ukuran $(p \times l \times t) = (95 \times 60 \times 18)$ cm, kulkas (sharp SJ-M151), neraca analitik (Mettler Toledo ME204E), spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV-1280), pH meter (Mettler Toledo EQ7E), pengaduk magnetik (Hanna HI 190M), oven (Memmert), tungku (Furnace 1400), pipet volume berbagai ukuran, labu ukur berbagai ukuran, inkubator (FOC 120E), botol winkler berbagai ukuran, buret (10, 25 dan 50) ml, kondensor, pemanas spiritus, serta alat – alat gelas laboratorium lainnya.

b. Bahan penelitian

Bahan penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah zat warna sintetis Remazol Yellow FG, Remazol Orange 3R, Remazol Red RB, Remazol blue RSP dan Remazol violet, NaCl (Merck, ACS Reagent), $K_2Cr_2O_7$ (Merck, ACS Reagent), tanaman mendong, air limbah industri tekstil artifisial, air limbah industri tekstil batik yang diambil dari inlet IPAL kampung batik laweyan surakarta, $MnSO_4 \cdot 2H_2O$ (Merck, ACS Reagent), NaOH (Merck, ACS Reagent), KI (Merck, ACS Reagent), NaN_3 (Merck, ACS Reagent), Amilum, $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ (Merck, ACS Reagent), H_2SO_4 (Merck, ACS Reagent), $AgSO_4$ (Merck, ACS Reagent), $(NH_4)Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ (Merck, ACS Reagent), indikator feroin (Merck, ACS Reagent), H_3PO_4 (Merck, ACS Reagent), $KMnO_4$ (Merck, ACS Reagent), difenilkarbazida (Merck, ACS Reagent) dan air bebas mineral.

2. Prosedur penelitian

Prosedur penelitian ini terdiri dari beberapa tahap. Tahap ke 1 adalah penyiapan alat dan bahan penelitian antara lain penyusunan elektroda grafit, pembuatan alat elektrooksidasi, fitoremediasi serta kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi. Pada tahap ke 1 ini juga dilakukan pembuatan air limbah industri tekstil artifisial, larutan NaCl dan larutan pereaksi lainnya.

Tahap ke 2 adalah penentuan kondisi optimum. Tahap ini meliputi penentuan konsentrasi NaCl, waktu proses, laju alir dan tegangan listrik optimum. Penentuan kondisi optimum ini dilakukan dengan mengolah air limbah industri tekstil artifisial menggunakan metode elektrooksidasi dengan sistem kontinyu.

Tahap ke 3 adalah penentuan keefektifan metode elektrooksidasi, fitoremediasi serta kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi dengan sistem kontinyu. Pada tahap ini dilakukan pengolahan air limbah industri tekstil artifisial menggunakan tiga macam metode tersebut. Hasil dari prosedur tahap ini dapat digunakan untuk membandingkan keefektifan metode elektrooksidasi, fitoremediasi serta kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi dengan sistem kontinyu.

Tahap ke 4 adalah aplikasi kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi. Pada tahap ini dilakukan pengolahan air limbah industri tekstil yang sebenarnya (air limbah industri batik) menggunakan kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi dengan sistem kontinyu.

a. Penyiapan alat dan bahan penelitian

a.1. Penyusunan elektroda grafit

Elektroda grafit disusun dengan cara memasukkan 8 batang grafit ke dalam pipa PVC dinding berlubang dengan diameter 3/4 inchi dan panjang 160 mm. Batang grafit yang digunakan berukuran diameter 8 mm dengan panjang 75 mm berasal dari elektroda baterai bekas. Pipa PVC yang sudah diisi dengan 8 batang grafit kemudian ditutup menggunakan penutup pipa PVC pada kedua sisinya dimana salah satu sisi diberi lubang untuk melancarkan sirkulasi air limbah. Pada bagian penutup yang tidak berlubang dimasukkan konektor dari bahan logam.

a.2. Pembuatan alat elektrooksidasi

Alat elektrooksidasi terdiri dari tangki penampung air limbah dengan volume 250 liter, dilengkapi dengan kran outlet yang terpasang pada jarak 5 cm dari dasar tangki. Tangki tersebut kemudian dihubungkan dengan bejana elektrooksidasi yang terbuat dari kaca dengan ukuran $(p \times l \times t) = (60 \times 30 \times 18)$ cm, dilengkapi dengan kran outlet yang diletakkan pada posisi 5 cm dari batas atas bejana. Elektroda grafit yang sudah disusun hasil prosedur a.1. dimasukkan ke dalam bejana elektrooksidasi tersebut.

a.3. Pembuatan alat fitoremediasi

Alat fitoremediasi berupa bejana terbuat dari kayu dengan ukuran $(p \times l \times t) = (95 \times 60 \times 20)$ cm yang dilapisi dengan plastik MMT dan dilengkapi dengan 4 lubang outlet. Batu kerikil ukuran 1 cm dimasukkan ke dalam bejana fitoremediasi, lapisan batu kerikil ini setebal 5 cm, setelah itu dimasukkan tanah ladu setebal 12 cm. Pada bejana tersebut kemudian ditanam mendong yang berumur 1 bulan sebanyak 20 rumpun (4 rumpun melebar dan 5 rumpun memanjang) dengan jarak antar rumpun 15 cm. Setiap rumpun mendong terdiri dari 40 daun mendong.

a.4. Pembuatan alat kombinasi elektrooksidasi dan fitoremediasi

Alat kombinasi elektrooksidasi dan fitoremediasi dibuat dengan menggabungkan alat elektrooksidasi dengan alat fitoremediasi dengan cara bagian outlet alat elektrooksidasi disambungkan dengan bagian inlet alat fitoremediasi menggunakan konektor pipa PVC. Penggabungan ini dilakukan dengan posisi permukaan alat fitoremediasi sejajar dengan dasar alat elektrooksidasi, dengan demikian air limbah bisa mengalir secara otomatis karena pengaruh gaya gravitasi bumi.

a.5. Pembuatan larutan zat warna induk dengan konsentrasi zat warna 1600 mg/liter sebanyak 20 liter

Zat warna tekstil (Yellow FG, Remazol Orange 3R, Remazol Red RB Conc, Remazol Blue 3R, Remazol Violet 5R) masing – masing ditimbang 32 gram, kemudian dilarutkan dengan akuades secukupnya dalam labu ukur 1 liter. Setelah itu ke dalam labu ukur tersebut ditambahkan akuades sampai tanda batas dan selanjutnya dituang ke dalam bejana plastik 20 liter. Setelah itu 19 liter akuades ditambahkan ke dalam bejana plastik tersebut dengan menggunakan labu ukur 1 liter. Sebagian akuades yang ditambahkan digunakan untuk membilas labu ukur yang berisi larutan zat warna, air bilasan kemudian dijadikan satu dengan larutan zat warna lainnya dalam bejana plastik 20 liter.

a.6. Pembuatan larutan induk NaCl dengan konsentrasi 250 gram / liter sebanyak 200 liter

Kristal NaCl ditimbang 5000 gram kemudian dilarutkan dengan akuades menjadi 20 liter. Pembuatan larutan tersebut dilakukan 10 kali dan hasilnya digabung menjadi satu sehingga volume total larutan adalah 200 liter. Larutan ini kemudian distandarisasi menggunakan metode titrasi argentometri. Perhitungan standarisasi disajikan pada lampiran 1.

a.7. Pembuatan larutan induk Cr

Kristal $K_2Cr_2O_7$ ditimbang 3294,6 mg kemudian dilarutkan dengan akuades menjadi 1 liter. Hasil penimbangan dan perhitungan konsentrasi Cr disajikan pada lampiran 1.

a.8. Pembuatan air limbah industri tekstil artifisial dengan konsentrasi masing – masing zat warna 12 ppm dan konsentrasi NaCl bervariasi

Larutan induk zat warna diambil sebanyak 150 ml, kemudian dimasukkan ke dalam bejana plastik 20 liter. Larutan induk NaCl sebanyak 250 ml dan larutan induk Cr sebanyak 50 ml dituang ke dalam bejana plastik 20 liter tersebut, kemudian ditambah akuades sampai volumenya menjadi 20 liter, larutan ini kemudian diberi nama air limbah industri tekstil artifisial A. Pembuatan larutan ini diulangi sampai kebutuhan larutan zat warna tercukupi. Prosedur a.8. diulangi dengan penambahan larutan induk NaCl bervariasi yaitu 500, 750, 1000, 1250 dan 1500 ml. Larutan yang telah dibuat kemudian diberi nama air limbah industri tekstil artifisial B, C, D, E dan F. Data penimbangan dan perhitungan pembuatan air limbah industri tekstil artifisial disajikan pada lampiran 1.

b. Penentuan kondisi optimum pengolahan air limbah industri tekstil menggunakan metode elektrooksidasi dengan sistem kontinyu

Air limbah yang digunakan dalam penentuan kondisi optimum ini adalah air limbah industri tekstil artifisial.

b.1. Penentuan konsentrasi NaCl optimum pada pengolahan air limbah industri tekstil artifisial menggunakan metode elektrooksidasi dengan sistem kontinyu

Bejana 4 dan 5 seperti yang ditunjukkan pada gambar 3(a) diisi penuh dengan air limbah industri tekstil artifisial A. Keran nomor 3 dibuka penuh sedangkan keran nomor 1 dibuka

secukupnya sampai kecepatan alir menunjukkan 0,5 LPM yang dapat dipantau menggunakan alat *flow meter*, kemudian air limbah industri tekstil artifisial dibiarkan mengalir selama 5 menit. Adaptor dihidupkan dengan voltase 12 volt, kemudian air limbah industri tekstil artifisial yang telah mengalami pengolahan diambil dari outlet dengan variasi waktu proses (5, 10, 15, 20, 25) menit terhitung dari saat adaptor dihidupkan. Air limbah industri tekstil artifisial sebelum pengolahan dan setelah pengolahan dengan metode elektrooksidasi diukur absorbansinya / intensitas warnanya menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis. Percobaan ini diulangi dengan menggunakan air limbah industri tekstil artifisial B, C, D, E dan F.

b.2. Penentuan waktu proses dan laju alir optimum pada pengolahan air limbah industri tekstil artifisial menggunakan metode elektrooksidasi dengan sistem kontinyu

Bejana 4 dan 5 seperti ditunjukkan pada gambar 3(a) diisi penuh dengan air limbah industri tekstil artifisial D, yaitu air limbah industri tekstil artifisial yang mengandung NaCl dengan konsentrasi 1,202 % b/v. Keran No. 3 dibuka penuh sedangkan keran No. 1 dibuka secukupnya sehingga laju alir air limbah menjadi 0,3 LPM, laju alir dapat dipantau menggunakan alat *flow meter*. Air limbah dibiarkan mengalir selama 5 menit, kemudian proses elektrooksidasi dimulai dengan menghidupkan adaptor pada tegangan 12 volt. Pengambilan air limbah hasil pengolahan dilakukan pada variasi waktu (5, 10, 15, 20, 25) menit dihitug dari saat adaptor dihidupkan. Percobaan tersebut diulangi dengan melakukan variasi laju alir yaitu (0,5;1,0; 1,5; 2,0) LPM. Air limbah industri tekstil artifisial sebelum pengolahan dan setelah pengolahan dengan metode elektrooksidasi diukur absorbansinya / intensitas warnanya menggunakan spektrofotometer U-Vis.

b.3. Penentuan tegangan listrik optimum pada pengolahan air limbah industri tekstil artifisial menggunakan metode elektrooksidasi dengan sistem kontinyu

Bejana 4 dan 5 seperti yang ditunjukkan pada gambar 3(a) diisi penuh dengan air limbah industri tekstil artifisial D, yaitu air limbah industri tekstil artifisial yang mengandung NaCl dengan konsentrasi 1,202 % b/v. Keran No. 3 dibuka penuh sedangkan keran No. 1 dibuka secukupnya sehingga laju alir air limbah menjadi 0,5 LPM, laju alir dapat dipantau menggunakan alat *flow meter*. Air limbah dibiarkan mengalir selama 5 menit, kemudian proses elektrooksidasi dimulai dengan menghidupkan adaptor pada tegangan 3 volt. Pengambilan air limbah hasil pengolahan dilakukan setelah proses berlangsung selama 20 menit dihitug dari saat adaptor dihidupkan. Percobaan tersebut diulangi dengan melakukan variasi tegangan listrik yaitu (6, 9, 12, 15) volt.

Air limbah industri tekstil artifisial sebelum pengolahan dan setelah pengolahan dengan metode elektrooksidasi diukur absorbansinya / intensitas warnanya menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis.

c. Penentuan keefektifan metode fitoremediasi dengan sistem kontinyu menggunakan tanaman mendong pada pengolahan air limbah industri tekstil.

Bejana fitoremediasi seperti pada gambar 7(a) diisi penuh dengan air limbah industri tekstil artifisial D yaitu air limbah industri tekstil artifisial yang mengandung NaCl dengan konsentrasi 1,202 % b/v. Setelah itu air limbah dialirkan dari bejana penampung air limbah ke bejana fitoremediasi dengan kecepatan alir 0,5 LPM. Hasil pengolahan diambil dari outlet bejana fitoremediasi dengan variasi waktu proses yaitu 30, 40, 50, 60 dan 70 menit terhitung dari saat air limbah dialirkan. Air limbah industri tekstil artifisial sebelum pengolahan dan setelah pengolahan diukur parameter kualitasnya meliputi absorbansi / intensitas warna, BOD, COD dan konsentrasi Cr (VI).

d. Penentuan keefektifan metode elektrooksidasi dengan sistem kontinyu pada pengolahan air limbah industri tekstil artifisial.

Bejana 4 dan 5 seperti yang ditunjukkan pada gambar 3(a) diisi penuh dengan air limbah industri tekstil artifisial D, yaitu air limbah industri tekstil artifisial yang mengandung NaCl dengan konsentrasi 1,202 % b/v. Keran No. 3 dibuka penuh sedangkan keran No. 1 dibuka secukupnya sehingga laju alir air limbah menjadi 0,5 LPM, laju alir dapat dipantau menggunakan alat *flow meter*. Air limbah dibiarkan mengalir selama 5 menit, kemudian proses elektrooksidasi dimulai dengan menghidupkan adaptor pada tegangan 12 volt. Pengambilan air limbah hasil pengolahan dilakukan pada variasi waktu (5, 10, 15, 20, 25) menit dihitung dari saat adaptor dihidupkan. Air limbah industri tekstil artifisial sebelum pengolahan dan setelah pengolahan ditentukan parameter kualitasnya yang meliputi absorbansi / intensitas warna, BOD, COD dan konsentrasi Cr (VI).

e. Penentuan keefektifan kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi dengan sistem kontinyu pada pengolahan air limbah industri tekstil artifisial

Penelitian ini dilakukan dalam 2 bagian yaitu :

commit to user

e.1. Penentuan keefektifan kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi sistem kontinyu dalam menurunkan absorbansi, BOD dan COD pada pengolahan air limbah industri tekstil artifisial

Alat kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi disiapkan seperti pada gambar 8. Bejana 5 dan 6 seperti yang ditunjukkan pada gambar 8 diisi penuh air limbah industri tekstil artifisial. Air limbah industri tekstil artifisial yang digunakan adalah air limbah dengan konsentrasi NaCl optimum yaitu 1,202 % b/v atau yang disebut air limbah industri tekstil artifisial D. Setelah itu diatur kondisi percobaannya pada kondisi optimum untuk laju alir dan tegangan listrik. Kondisi optimum tersebut mengacu pada hasil percobaan metode elektrooksidasi yaitu laju alir 0,5 LPM dan tegangan listrik 12 volt. Proses pengolahan dimulai dengan menghidupkan adaptor dan pengambilan hasil percobaan dilakukan pada variasi waktu proses yaitu 50, 60, 70, 80 dan 90 menit terhitung dari saat adaptor dihidupkan. Air limbah industri tekstil artifisial sebelum dan sesudah pengolahan diukur parameter kualitasnya yang meliputi absorbansi, BOD dan COD.

e.2. Penentuan keefektifan kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi dengan sistem kontinyu dalam menurunkan konsentrasi Cr(VI) dan Cr (total) pada pengolahan air limbah industri tekstil artifisial

Alat kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi disiapkan seperti pada gambar 8. Bejana 5 dan 6 seperti yang ditunjukkan pada gambar 8 diisi penuh air limbah industri tekstil artifisial. Air limbah industri tekstil artifisial yang digunakan adalah air limbah dengan konsentrasi NaCl optimum yaitu 1,202 % b/v atau yang disebut air limbah industri tekstil artifisial D. Setelah itu diatur kondisi percobaannya pada kondisi optimum untuk laju alir air limbah dan tegangan listriknya. Kondisi optimum tersebut mengacu pada hasil percobaan metode elektrooksidasi yaitu 0,5 LPM dan 12 volt. Proses pengolahan dimulai dengan menghidupkan adaptor dan pengambilan hasil percobaan dilakukan setelah proses pengolahan berlangsung selama 50 menit, terhitung dari saat adaptor dihidupkan. Percobaan ini diulangi sebanyak 4 kali dengan waktu proses yang berbeda-beda yaitu 60, 70, 80 dan 90 menit. Pada prosedur ini setiap pergantian waktu proses digunakan alat pengolahan yang baru. Pengukuran konsentrasi Cr (VI) dan Cr (total) dilakukan terhadap air limbah sebelum dan sesudah pengolahan, sedangkan untuk daun mendong, akar mendong dan tanah bekas pengolahan hanya diukur konsentrasi Cr (VI) nya saja.

f. Penentuan keefektifan kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi dengan sistem kontinyu dalam menurunkan absorbansi, BOD, COD, konsentrasi Cr (VI) dan Cr (total) pada pengolahan air limbah industri tekstil (air limbah industri batik)

Air limbah yang digunakan dalam percobaan ini diambil dari inlet IPAL kampung batik laweyan surakarta. Air limbah di tambah larutan NaCl sehingga konsentrasi NaCl nya menjadi 1,202 % b/v, sama dengan konsentrasi NaCl Optimum. Percobaan pengolahan air limbah ini menggunakan kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi dengan prosedur sebagai berikut :

Disiapkan alat kombinasi metode elektrooksidasi dan fitoremediasi seperti gambar 8. Bejana 5 dan 6 seperti yang ditunjukkan pada gambar 8 diisi penuh air limbah industri batik. Setelah itu diatur kondisi percobaannya pada kondisi optimum untuk laju alir dan tegangan listrik. Kondisi optimum tersebut mengacu pada hasil percobaan metode elektrooksidasi yaitu laju alir 0,5 LPM dan tegangan listrik 12 volt. Proses pengolahan dimulai dengan menghidupkan adaptor dan pengambilan hasil percobaan dilakukan setelah proses pengolahan berlangsung selama 50, 60, 70, 80 dan 90 menit terhitung dari saat adaptor dihidupkan. Air limbah industri batik sebelum dan sesudah pengolahan diukur parameter kualitasnya yang meliputi absorbansi, BOD, COD, konsentrasi Cr (VI) dan Cr (total).