

BAB III

METODOLOGI

3.1. Penelitian Secara Umum

Tahap persiapan penelitian adalah melakukan persiapan-persiapan alat dan bahan yang diperlukan. Alat yang akan digunakan adalah *reactor batch* dan *ozon generator*, serta air limbah batik yang diambil langsung dari industri batik di daerah Ngaglik, Sleman, Yogyakarta. Dimensi dari *reactor batch* yang digunakan yaitu berbentuk bulat dengan diameter 16 cm dan tinggi 20 cm. Selain *reactor batch* diperlukan juga wadah larutan penjerap dengan dimensi diameter 8 cm dan tinggi 10 cm. Ozon generator yang digunakan memiliki kemampuan menghasilkan ozon sebesar 0,5 L/menit.

Pada tahapan pelaksanaan penelitian, terbagi dalam dua tahapan pengerjaan yaitu penentuan nilai *Chemical Oxygen Demand* (COD) dan warna serta perbandingannya. Penelitian yang akan dilakukan adalah penelitian laboratorium dengan maksud untuk mengetahui waktu optimal penurunan kadar dan efisiensi pada parameter COD dan zat warna menggunakan *reactor batch*.

3.2. Variabel Penelitian

Penelitian ini dilakukan menggunakan variabel penelitian sebagai bahan perbandingan serta untuk memperoleh hasil variasi optimum dalam penurunan kadar COD dan warna pada air limbah batik. Variabel tersebut yaitu :

1. Variabel Bebas (*Independent Variabel*)

Dalam melakukan penelitian ini, variabel bebas meliputi:

- a. Dosis : 1,9 mg/L, 5.8 mg/L, 11,6 mg/L, 17,4 mg/L
- b. Waktu kontak : 1, 3, 6 dan 9 menit

2. Variabel Terikat (*Dependent* Variabel)

Parameter yang diukur pada penelitian ini adalah COD dan warna.

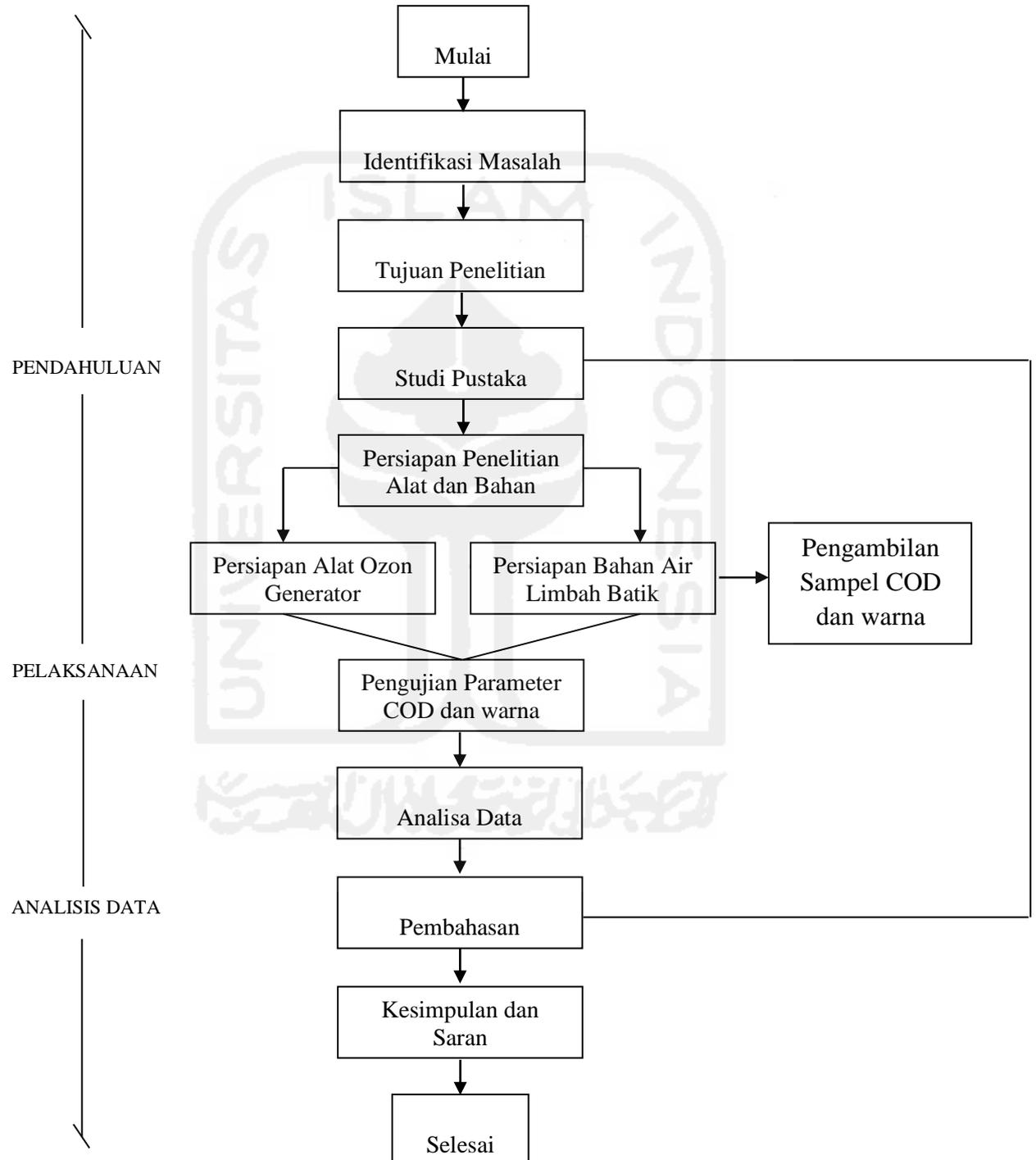
3.3. Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang diperlukan pada pengujian ini berupa

- a. Alat
 1. Ozon Generator
 2. Gelas beker 1000 ml
 3. Tabung reflux
 4. Reactor batch
 5. Spektrofotometer
 6. Pipet volume 5ml
 7. Pipet volume 10ml
 8. Spatula
 9. Thermo reactor
 10. Rak tabung reflux
 11. Karet hisap
 12. Corong
 13. Timbangan analitik
- b. Bahan
 1. Sampel air limbah batik;
 2. Air suling;
 3. Kertas Saring;
 4. Larutan KI;
 5. Hidrogen Peroksida;
 6. H₂SO₄ COD;
 7. Digestion Solution;
 8. KHP

3.4 Bagan Alir

Pada penelitian ini, berikut ini adalah susunan kerangka proses penelitian secara keseluruhan:



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.5 Desain Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu reaktor *batch* berbentuk bulat dengan diameter 16 cm dan tinggi 20 cm. Air limbah batik dimasukkan kedalam reaktor batch sebanyak 500ml dengan waktu pengujian yang sudah ditetapkan. Rangkaian reaktor *batch* dapat dilihat pada **gambar 3.2** berikut.



Gambar 3.2 Rangkaian reaktor batch untuk pengujian air limbah

Bagian atas reaktor *batch* tertutup dan diberi lubang untuk selang yang disambungkan ke ozon generator. Kemudian ujung selang yang dimasukkan kedalam air limbah diberi diffuser (batu berpori) untuk mereaksikan ozon generator dengan air limbah batik.



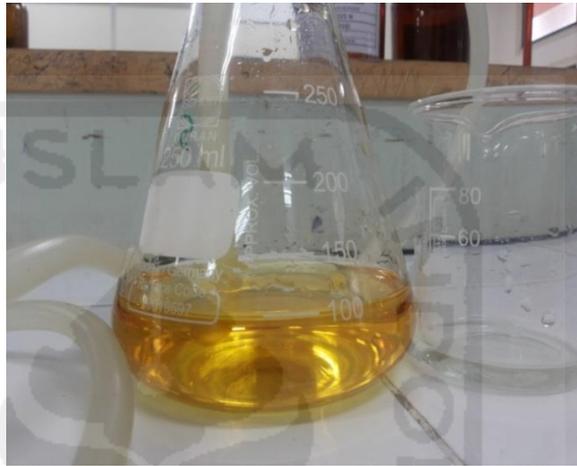
Gambar 3.4 Ozon generator

Ozon generator yang digunakan memiliki spesifikasi input AC22v/50 Hz, power < 15w, G.W/N.W : 1,3 kg/ 1,0 kg, size : 370x680x88mm.

3.6 Persiapan Pengujian

Penurunan kadar COD dan warna air limbah batik sangat dipengaruhi oleh dosis ozon yang sudah ditentukan. Semakin besar dosis ozon yang direaksikan maka semakin banyak penurunan kadar COD dan warna pada air limbah batik. Namun, penurunan kadar COD dan warna juga memiliki nilai optimum berdasarkan dosis yang direaksikan antara air limbah batik dengan ozon. Ozon yang bereaksi memiliki titik jenuh dalam penurunan kadar COD dan warna air limbah batik. Dosis ozon yang bereaksi dapat dihitung berdasarkan rumus yang ada pada teori dan juga dapat berdasarkan pada nilai absorbansi serapan ozon di larutan penjerap Kalium Iodida yang terbaca menggunakan alat spektrofotometri UV-VIS.

Waktu kontak untuk pengujian mempunyai nilai yang berbeda-beda. Lamanya waktu kontak sudah ditentukan sebelum pengujian dilakukan. Waktu kontak diperlukan untuk melakukan reaksi antara air limbah batik dan ozon.



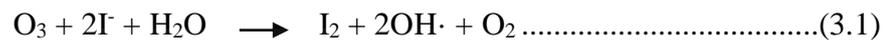
Gambar 3.5 Larutan Kalium Iodida

Sebelum air limbah diinjeksikan dengan ozon generator, terlebih dahulu mempersiapkan larutan KI. Persiapan larutan KI dilakukan dengan cara membuat larutan penjerap KI itu sendiri kemudian melakukan uji pendahuluan larutan penjerap KI dengan ozon.



Gambar 3.6 Larutan KI yang siap diabsorbansi menggunakan Spektrofotometri

Setelah melakukan pengujian larutan kalium iodida secara triplo, larutan tersebut diukur nilai absorbansinya menggunakan spektrofotometri UV-VIS. Larutan kalium iodida yang semula berwarna bening berubah menjadi kuning kecoklatan. Warna ini merupakan warna I₂ yang terbentuk melalui reaksi oksidasi I⁻. Adapun reaksinya:



Reaksi tersebut menunjukkan bahwa mol I₂ yang terbentuk sebanding dengan mol ozon yang diperlukan untuk mengoksidasi KI sehingga mol I₂ dapat dipergunakan untuk menghitung mol ozon yang diproduksi ozon generator.

3.7 Prosedur Percobaan

Pada penelitian ini, prosedur percobaan dapat diawali dengan mempersiapkan sampel air limbah batik yang diambil dari *home industry* batik di Ngaglik Sleman, Yogyakarta dan alat ozon generator dipersiapkan di laboratorium kualitas air FTSP UII.

Sebelum melakukan injeksi ozonisasi dengan air limbah, air limbah tersebut diukur terlebih dahulu kandungan COD awal dengan metode refluk tertutup secara spektrofotometri. Kemudian mencatat nilai absorbansi sebelum melakukan ozonisasi.

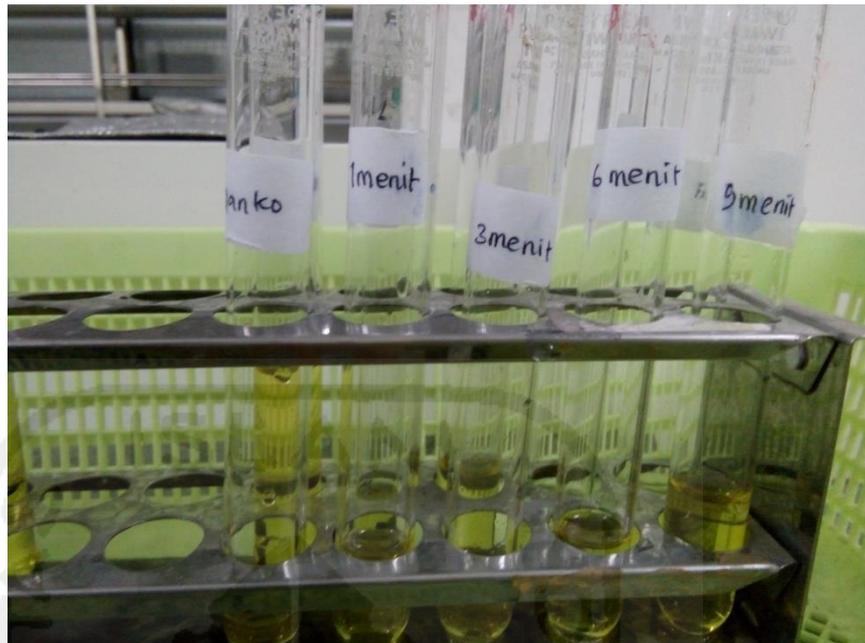
Setelah melakukan pengukuran kandungan COD awal, dilanjutkan dengan melakukan proses ozonisasi air limbah. Proses yang akan dilakukan pada proses ozonisasi ini adalah dengan sistem *batch* dimana air limbah akan diproses menggunakan ozon generator.



Gambar 3.7 Proses Ozonisasi Air Limbah

Prinsip kerja dari sistem *batch* adalah air limbah diposisikan didalam reaktor, kemudian dialirkan ozon dari ozon generator. Pada proses ini, gas ozon yang dihasilkan oleh ozon generator tidak boleh keluar terlepas ke udara bebas, karena bersifat racun. Oleh karena itu, diperlukan senyawa KI untuk menjerap ozon agar tidak bereaksi ke udara bebas. Larutan KI diletakkan di wadah yang berbeda dalam keadaan tertutup. Kemudian diberi lubang dan dialirkan selang dari wadah reaktor limbah batik.

Sebelum limbah batik diozonisasi sesuai waktu kontak, terlebih dahulu limbah batik dicampurkan dengan larutan H_2O_2 sebanyak 0,25 ml pada setiap pengujian. Kemudian diaduk dan diozonisasi. Waktu kontak proses ozonisasi dilakukan sebanyak 4 kali. Variasi waktu kontak yang digunakan yaitu 1 menit, 3 menit, 6 menit dan 9 menit. Variasi waktu tersebut digunakan untuk mengetahui nilai dari penurunan kadar COD dan warna pada air limbah batik menggunakan ozon.



Gambar 3.8 Pengukuran COD menggunakan refluks tertutup

Kemudian melakukan pengukuran panjang gelombang penurunan kadar COD dan warna dengan menggunakan metode kolorimetri, refluks tertutup dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS.

Analisis data yang akan dilakukan yaitu dengan cara membandingkan panjang gelombang cahaya yang terjadi pada setiap waktu kontak ozonisasi.

3.8. Analisis Data

Dari hasil penelitian maka diperoleh data yang akan dibuat dalam bentuk tabel dan grafik. Data tersebut menunjukkan hasil dari pengujian kadar COD dan warna menggunakan waktu kontak yang memiliki hasil paling optimal dalam penurunan COD dan warna.

Adapun dalam menghitung seberapa banyak COD yang telah terdegradasi menggunakan ozon dapat dihitung menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\% \text{ removal} = [(C_0 - C) / C_0] \times 100 \dots \dots \dots (3.2)$$

Keterangan : C_0 = Konsentrasi awal

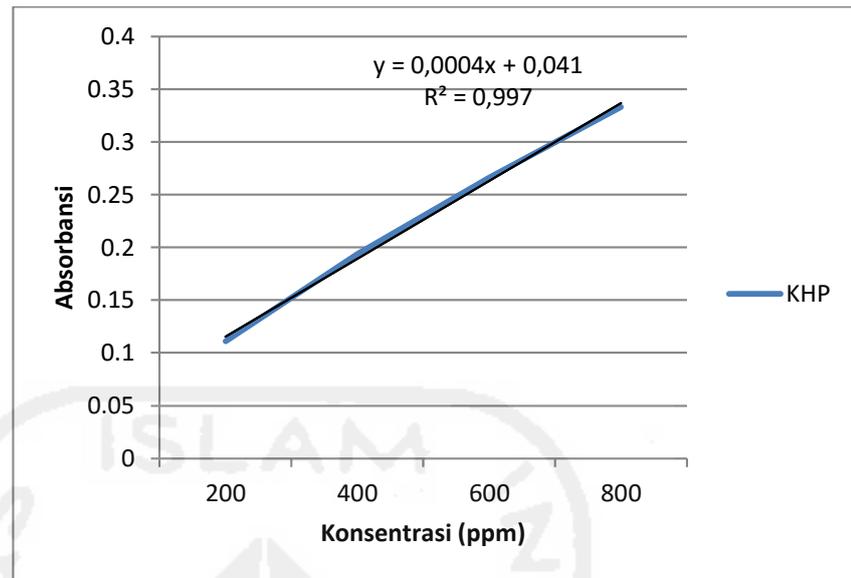
C = Konsentrasi yang diperoleh

3.9 Metode Pengujian Sampel

Data hasil penelitian akan dibuat dalam bentuk tabel dan grafik. Untuk mengetahui konsentrasi dan efisiensi penurunan pada parameter digunakan acuan sebagai berikut.

3.9.1 Pengukuran *Chemical Oxygen Demand* (COD)

Pemeriksaan parameter COD dilakukan di laboratorium Kualitas Air Jurusan Teknik Lingkungan FTSP UII dengan mengacu pada SNI 06-6989-2009. Untuk menetapkan kadar COD air limbah digunakan satuan mg/l. Cara kerja dari penurunan kadar COD yaitu sebelumnya air limbah telah diencerkan dengan proses air limbah asli diambil sebanyak 5 ml kemudian dimasukkan kedalam labu ukur berukuran 50 ml kemudian dimampatkan dengan aquadest sampai tanda batas. Setelah itu sampel air limbah yang telah diencerkan diambil sebanyak 2,5 ml dimasukkan kedalam tabung reaksi khusus COD yang kemudian ditambahkan 1,5 ml *digester solution* tinggi dan 3,5 ml H_2SO_2 dan kemudian dimasukkan ke dalam thermoreaktor selama 2 jam pada temperatur $150^\circ C$, kemudian dibaca nilai absorbansinya menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 600nm.



Gambar 3.9 Grafik Kurva Standar Untuk Pengujian COD

Pada **gambar 3.9**, merupakan nilai absorbansi yang diperoleh pada kurva standar untuk mendapatkan nilai konsentrasi COD. Konsentrasi COD dapat dihitung dengan persamaan 3.3

$$\text{COD mg O}_2/\text{l} = \frac{(A-B) \times C \times 8 \times 1000}{\text{ml contoh air}} \dots\dots\dots(3.3)$$

Keterangan :

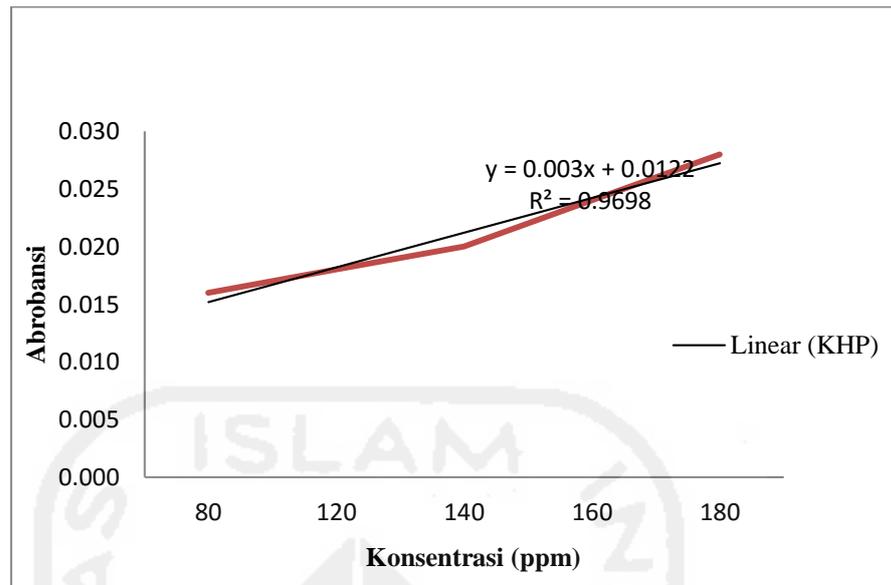
A = ml FAS untuk blangko

B = ml FAS untuk sampel

C = Normalitas FAS

3.9.2 Pengukuran Warna

Pemeriksaan parameter Warna dilakukan di laboratorium Kualitas Air Jurusan Teknik Lingkungan FTSP UII dengan mengacu pada SNI 6989.80:2011. Untuk menetapkan kadar warna air limbah digunakan satuan PtCo.



Gambar 3.10 Grafik Kurva Standar Untuk Pengujian Warna

Pada **gambar 3.10**, merupakan nilai absorbansi yang diperoleh pada kurva standar untuk pengujian warna. Pengukuran warna sebenarnya (*true color*) berdasarkan hukum Beers. Konsentrasi warna sebagai unit PtCo dapat dihitung dengan persamaan 3.4.

$$\text{Unit PtCo} = C \times f_p \dots \dots \dots (3.4)$$

Keterangan :

C = nilai yang didapat dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam unit Pt-Co

F_p = faktor pengenceran