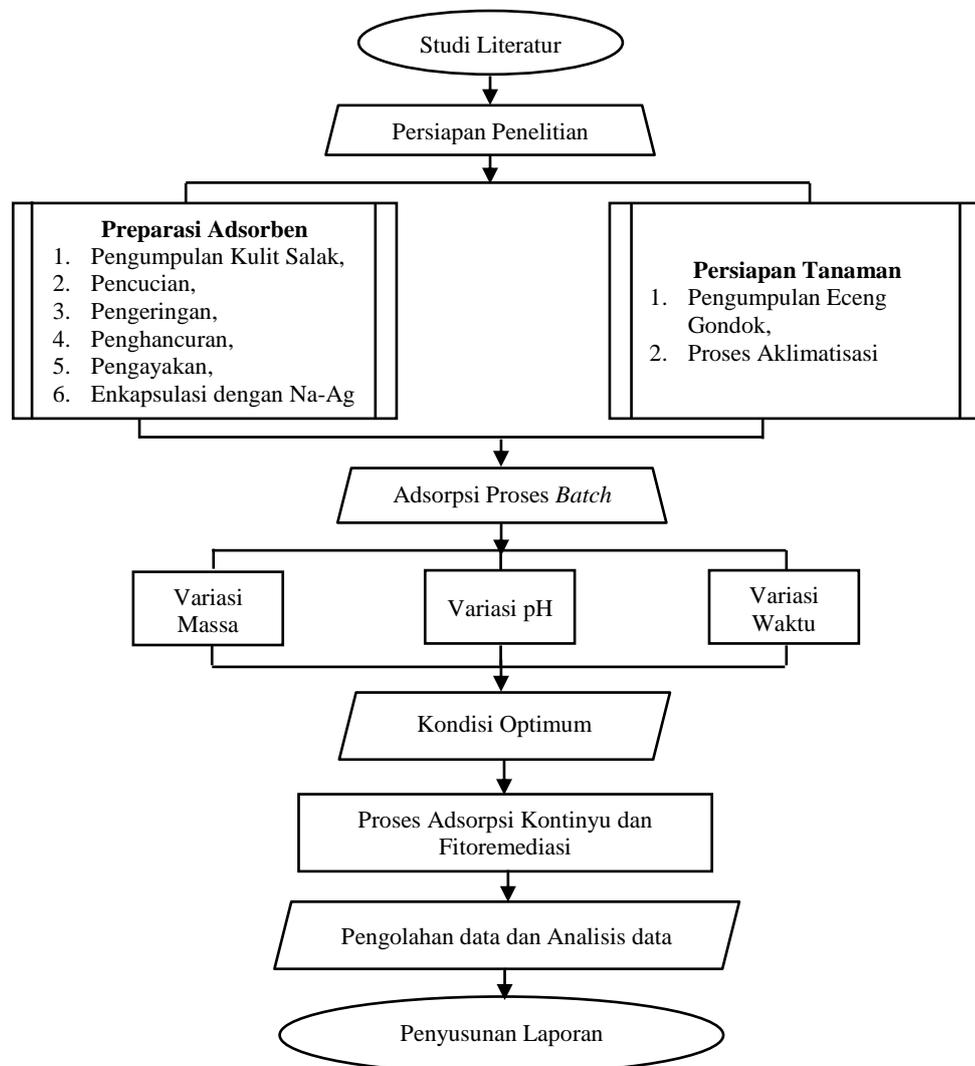


## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1. Diagram Alir Penelitian

Penelitian yang dilakukan dengan menggunakan metode kombinasi adsorpsi kolom dan fitoremediasi untuk parameter Kromium Total dengan menggunakan tanaman eceng gondok secara garis besar akan jelaskan seperti pada Gambar 3.1 dibawah ini :



**Gambar 3.1** Diagram Alir Penelitian

### **3.2. Pendekatan Penelitian**

Pendekatan yang digunakan pada penelitian ini adalah pendekatan deskriptif dengan mengolah data primer dan data sekunder. Data primer berasal dari hasil penelitian eksperimen melalui percobaan yang dilakukan untuk melihat variabel yang diteliti untuk selanjutnya data yang didapatkan diolah pada Ms Excel dan disajikan dalam bentuk tabel dan grafik.

### **3.3. Variabel Penelitian**

Variabel penelitian ini meliputi variabel tetap dan variabel bebas, yaitu :

#### **3.3.1. Variabel Bebas**

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah :

1. Dosis adsorben : 50; 100; 200; 300; dan ;400 mg.
2. Waktu Kontak adsorben : 15; 30; 60; 90; dan; 120 menit.
3. pH : 3; 5; 7; 9; dan; 11.
4. Waktu kontak tanaman : 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10; 11; 12; 13; dan; 14 hari.

#### **3.3.2. Variabel Terikat**

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah :

1. Adsorben Kulit Salak,
2. Tanaman Eceng Gondok,
3. Konsentrasi Kromium Total (Cr) dalam limbah penyamakan kulit, dan
4. Kecepatan dan Waktu Pengadukan : 150 rpm dan 2 jam.

### **3.4. Alat dan Bahan**

#### **3.4.1. Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: Spektrofotometer Serapan Atom (*Atomic Absorption Spectrophotometry*, AAS) A GBC 6840, FTIR (NICOLET AVATAR 360 IR), SEM (*Scanning Electron*

*Microscopy*), Reaktor, Neraca Analitik Ohaus Adventure Pro AV264C USA, Oven, pH meter, *Stopwatch*, Orbital Shaker K Model VRN-360, *Magnetic Stirrer*, Gelas Beker PYREX ukuran 100, 250, 500, dan 1000 mL, Erlenmeyer, Gelas Ukur PYREX ukuran 100 mL, Labu Ukur PYREX Ukuran 100 mL, Pipet Volume 5 mL, Karet Hisap, Sendok Sungu, Corong Kaca, Kaca Arloji, Pengaduk Kaca, Kertas Saring Ukuran 0,45  $\mu\text{m}$ , Mesin Penghancur Biji Kopi, Pemanas Listrik, Mesin Siever, Ayakan 50 *mesh*, pH meter Lutron PH-291, dan *Syringe* 10ml.

### **3.4.2. Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: limbah cair penyamakan kulit dari PT. Fajar Makmur, Kulit salak, Eceng gondok (*Echornia crassiper*), Aquades, Sodium Alginate, Asam Nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) dan Kalsium Diklorida Dihidrat ( $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

### **3.5. Lokasi Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kualitas Air Jurusan Teknik Lingkungan, Universitas Islam Indonesia. Uji SEM, dilakukan di Laboratorium Kualitas Lingkungan Jurusan Teknik Lingkungan Universitas Islam Indonesia. Uji karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Terpadu Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia. Lokasi pengambilan sampel pada Perusahaan Kulit Fajar Makmur yang berkedudukan di Banyakan 1, Sitimulyo, Piyungan, Bantul, Yogyakarta. Titik pengambilan sampling di pusat keluarnya sumber air limbah hasil penyamakan kulit. Berikut adalah saluran utama sumber air limbah penyamakan kulit (Gambar 3.2) :



**Gambar 3.2** Saluran Utama Sumber Air Limbah Penyamakan Kulit.  
(Sumber : Data Primer, 2017)

### **3.6. Prosedur Penelitian**

#### **3.6.1. Preparasi Adsorben Kulit Salak**

Kulit salak dicuci dengan air mengalir hingga bersih. Setelah itu dikeringkan dalam oven pada suhu  $60^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam yang terdapat pada Gambar 3.3 (a) Kulit salak segar sebelum dioven, (b) kulit salak yang kering kemudian digiling hingga lolos 50 mesh, (c) serbuk kulit salak yang lolos pada ayakan 50 mesh, dan (d) serbuk kulit salak yang lolos dengan ukuran 50 mesh (Wijayanti, 2016).



(a)



(b)



(c)

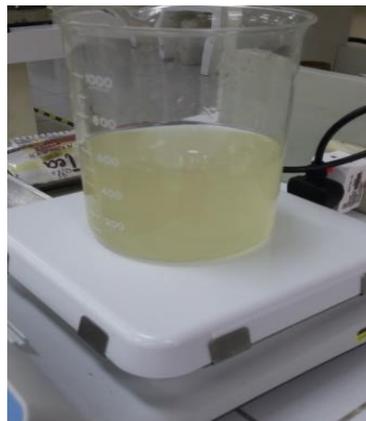


(d)

**Gambar 3.3** Kulit Salak Segar Sebelum dioven(a), Kulit Salak Setelah dioven Selama 24 Jam(b), Pengayakan Menggunakan Saringan 50 mesh(c), Serbuk Kulit Salak yang Lolos pada Saringan 50 mesh(d).  
(Sumber : Data Primer, 2017)

### 3.6.2. Preparasi Larutan Alginat 3%

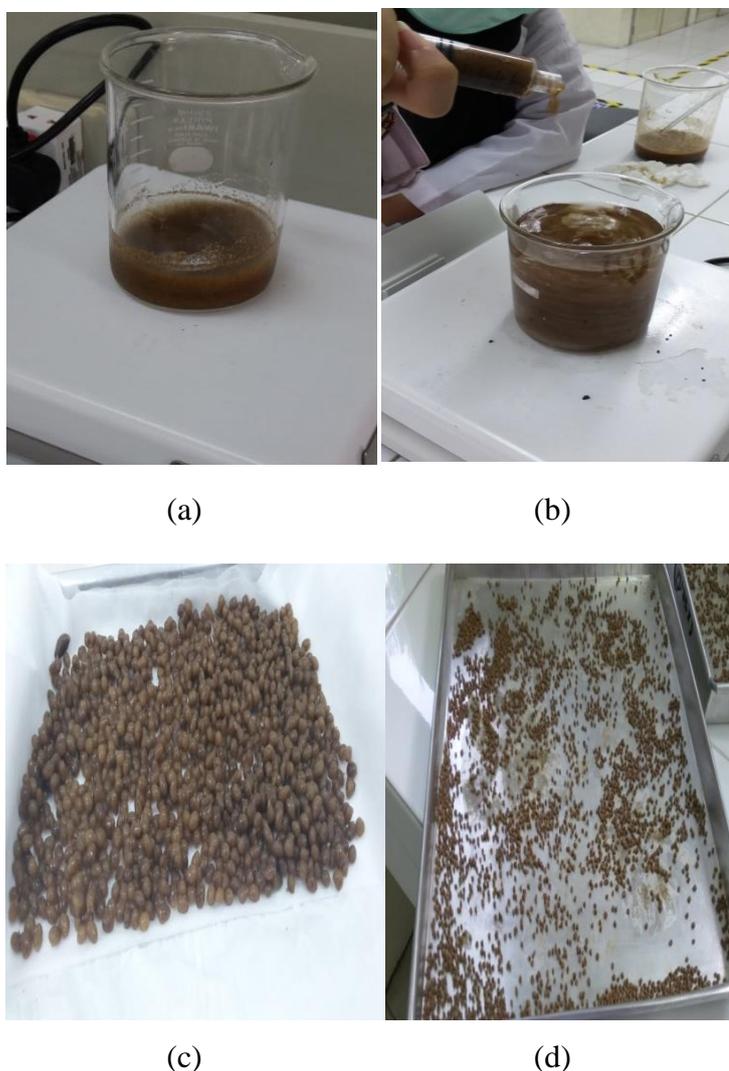
Pembuatan larutan alginat 3% dibuat dengan melarutkan 3 gr sodium alginate dengan aquades sebanyak 100 ml kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen, pengadukan dilakukan selama 1 jam (Permana, 2014).



**Gambar 3.4** Pembuatan Larutan Alginat 3% Menggunakan *Magnetic Stirrer*.  
(Sumber : Data Primer, 2017)

### 3.6.3. Metode Enkapsulasi dengan Alginate Gel

Metode enkapsulasi adsorben kulit salak menggunakan alginate gel dilakukan dengan mencampurkan larutan Alginate Gel 3% dengan serbuk kulit salak yang lolos pada 50 mesh, pada perbandingan 2 gr serbuk : 30 ml larutan sodium alginate 3% (Siswoyo, 2014). Campuran diteteskan kedalam larutan Kalsium klorida ( $\text{CaCl}_2$ ) 10% dan didiamkan selama 30 menit sebelum dibilas dengan air suling (Permana, 2014). Butiran yang terbentuk kemudian dioven selama 2 jam pada suhu  $80^\circ\text{C}$  (Zulistia, 2016).



**Gambar 3.5** Campuran Larutan *Alginate Gel* 3% dengan Serbuk Kulit Salak(a), Pembuatan Butir Adsorben diteteskan pada  $\text{CaCl}_2$ (b), Adsorben Kulit Salak Terenkapsulasi(c), Adsorben Setelah dioven(d)  
(Sumber : Data Primer, 2017)

#### **3.6.4. Karakterisasi Adsorben**

Pengujian karakterisasi dilakukan guna untuk mengetahui unsur yang terkandung dalam adsorben dan ciri-ciri adsorben tersebut dari segi fisik. Adsorben yang diujikan adalah serbuk kulit salak tanpa enkapsulasi, serbuk kulit salak terenkapsulasi dan serbuk kulit salak terenkapsulasi setelah adsorpsi. Pengujian yang dilakukan pada karakterisasi adsorben yaitu SEM dan FTIR.

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) adalah suatu metode yang dilakukan untuk mengetahui bentuk permukaan adsorben secara jelas. Sangat cocok digunakan dalam situasi yang membutuhkan pengamatan permukaan kasar dengan pembesaran berkisar antara 20 kali sampai 500.000 kali (Anggraeni, 2008).

FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) merupakan salah satu instrumen yang menggunakan prinsip spektroskopi. Spektroskopi adalah spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi untuk mendeteksi dan analisis hasil spektrumnya. Spektroskopi inframerah berguna untuk identifikasi senyawa organik karena spektrumnya yang sangat kompleks yang terdiri dari banyak puncak-puncak (Anam, 2007). FTIR dilakukan guna mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam partikel adsorben. Dari perbandingan tersebut akan diidentifikasi ada tidaknya penemuan gugus fungsi baru serta kandungan gugus fungsi yang paling banyak.

#### **3.6.5. Percobaan secara Batch**

Serangkaian eksperimen adsorpsi dilakukan dengan metode *batch* untuk mengetahui massa optimum, pH optimum dan waktu kontak optimum terhadap adsorben kulit salak terenkapsulasi *Alginate Gel*.

##### **3.6.5.1. Penentuan Massa Optimum**

Percobaan dilakukan dengan menimbang adsorben kulit salak terenkapsulasi *alginate gel* dengan variasi massa yaitu 50 mg, 100 mg, 200 mg, 300 mg dan 400 mg. Adsorben kulit salak terenkapsulasi dicampur ke dalam 100 ml limbah cair penyamakan kulit. Lalu, dilakukan pengadukan dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam menggunakan *jar test*. Kemudian, konsentrasi akhir diuji

dengan menggunakan AAS (Permana, 2014). Konsentrasi optimum yang dihasilkan oleh massa adsorben digunakan untuk pengujian variasi pH.

#### **3.6.5.2. Penentuan pH Optimum**

Massa adsorben optimum digunakan untuk menguji kemampuan adsorpsi pada berbagai kondisi pH, dengan variasi yaitu pH 3, 5, 7, 9, dan 11, pengkondisian nilai pH menggunakan larutan NaOH 0,1 N dan HNO<sub>3</sub> 0,1 N. Limbah cair penyamakan kulit 100 mL dengan kecepatan pengadukan 150 rpm selama 2 jam menggunakan *jar test*, lalu konsentrasi akhir diuji menggunakan AAS.

#### **3.6.5.3. Penentuan Waktu Kontak Optimum**

Waktu kontak optimum diuji dengan variasi waktu 15, 30, 60, 90, dan 120 menit. Limbah cair penyamakan kulit 100 ml diaduk dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam menggunakan *jar test*, kemudian konsentrasi akhir diuji dengan menggunakan AAS.

#### **3.6.6. Pengujian Adsorpsi Metode Kolom dan Fitoremediasi**

Untuk mengoptimalkan pengurangan kadar Kromium Total pada suatu limbah cair penyamakan kulit maka dilakukan dengan kombinasi 2 (dua) metode yaitu, metode kolom dan fitoremediasi. Berikut adalah penjelasannya :

##### **3.6.7.1 Persiapan Tanaman Eceng Gondok**

Persiapan pada tanaman eceng gondok dilakukan guna untuk memaksimalkan proses penyerapan logam Kromium Total pada limbah cair penyamakan kulit. Berikut rinciannya :

###### **3.6.7.1.1 Kriteria Tanaman Eceng Gondok**

Pada uji fitoremediasi tanaman eceng gondok yang digunakan dipilih berdasarkan keseragaman. Spesifikasi tanaman eceng gondok yang digunakan memiliki kriteria yaitu dengan jumlah daun 3-6 lembar, panjang daun 3-6 cm,

tinggi tanaman 10-14 cm, daun yang masih segar dan tidak menguning, dan berat basah sekitar 15-20 gr (Hartanti, dkk., 2014).

#### **3.6.7.1.2 Aklimatisasi Tanaman Eceng Gondok**

Aklimatisasi tanaman eceng gondok bertujuan untuk penyesuaian diri tanaman tersebut pada lingkungan laboratorium. Tanaman eceng gondok diaklimatisasi selama 1 minggu setelah masa aklimatisasi berakhir, sampel tanaman eceng gondok yang akan diuji dipilih dengan kondisi yang paling baik dan sehat. Penerapannya pada reaktor yaitu diperhitungkan antara kepadatan tumbuhan di dalam bak fitoremediasi terhadap jumlah eceng gondok yang digunakan. Pada reaktor uji diberi 10 buah yang diperkirakan dengan kriteria yang sama (Rukmi, 2013).

#### **3.6.7.2 Pengoperasian Reaktor Kolom dan Fitoremediasi**

Pengoperasian reaktor kolom pada proses adsorpsi dilakukan setelah mengetahui kondisi paling optimum adsorben dalam menyerap polutan yaitu meliputi massa, pH dan waktu. Pada reaktor kolom dilakukan sekali pengaliran limbah cair. Limbah tersebut dipompa menuju reaktor kolom dari bak penampung. Volume limbah cair penyamakan kulit sebesar 35 L dialirkan pada reaktor kolom dengan massa 40 gr. Massa yang digunakan pada reaktor kolom merupakan hasil pengujian massa optimum yang didapat melalui proses *batch* dengan volume limbah asli yang digunakan.

Hasil dari limbah yang diolah oleh reaktor kolom akan dilanjutkan dalam proses fitoremediasi selama 14 hari. Dilakukan proses fotoremediasi selama 14 hari agar dapat mengetahui penurunan logam Krom dengan baik. Kemudian, sebagian hasil dari keluaran pada kolom adsorpsi akan ditampung pada bak kontrol sebagai perbandingan hasil reaktor kolom dengan proses fitoremediasi dan tanpa proses fitoremediasi. Tujuan dilakukan analisa sampel setiap hari, adalah untuk dapat lebih mengetahui perbandingan penurunan yang signifikan pada konsentrasi setiap harinya dan 14 hari merupakan waktu kontak pada sistem

pengolahan secara alamiah (natural treatment) yang umum digunakan (Siswoyo, *et. al.*, 2009).

### 3.7. Pemeriksaan Hasil Penelitian

Seperti yang telah dijelaskan pada Gambar 3.1 bahwa sampel yang digunakan telah menjalani proses *batch* untuk menentukan dosis optimum adsorben dan pada proses reaktor adsorpsi dan fitoremediasi akan dianalisa di laboratorium. Parameter Kromium Total akan dianalisis menggunakan metode secara spektrofotometri serapan atom (SSA) nyala pada kisaran kadar Cr 0,2 mg/L sampai dengan 10 mg/L dengan panjang gelombang 357,9 nm (SNI 6989.17:2009).

### 3.8. Analisa Data

#### 1) Efisiensi Adsorpsi

$$\eta = \frac{C_0 - C_a}{C_0} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

Keterangan :

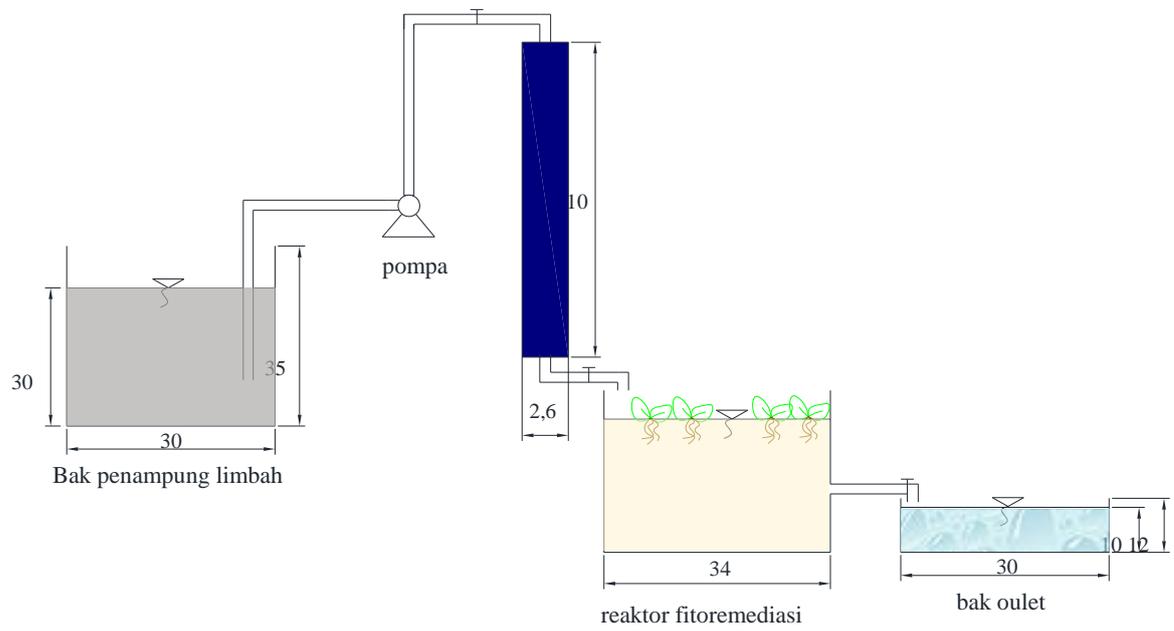
$\eta$  = *Overall efficiency* (%)

$C_0$  = Konsentrasi sebelum proses adsorpsi (mg/L)

$C_a$  = Konsentrasi setelah proses adsorpsi (mg/L)

### 3.9. Desain Reaktor

Desain reaktor berdasarkan penggunaan jumlah air limbah yang akan diuji sebesar 35 L. Reaktor terdiri dari bak penampung limbah, pompa, reaktor kolom adsorpsi, rektor fitoremediasi dan bak *outlet*. Desain reaktor pada Gambar 3.6 berikut ini:



**Gambar 3.6** Desain Reaktor.  
(Sumber : Data Primer, 2017)