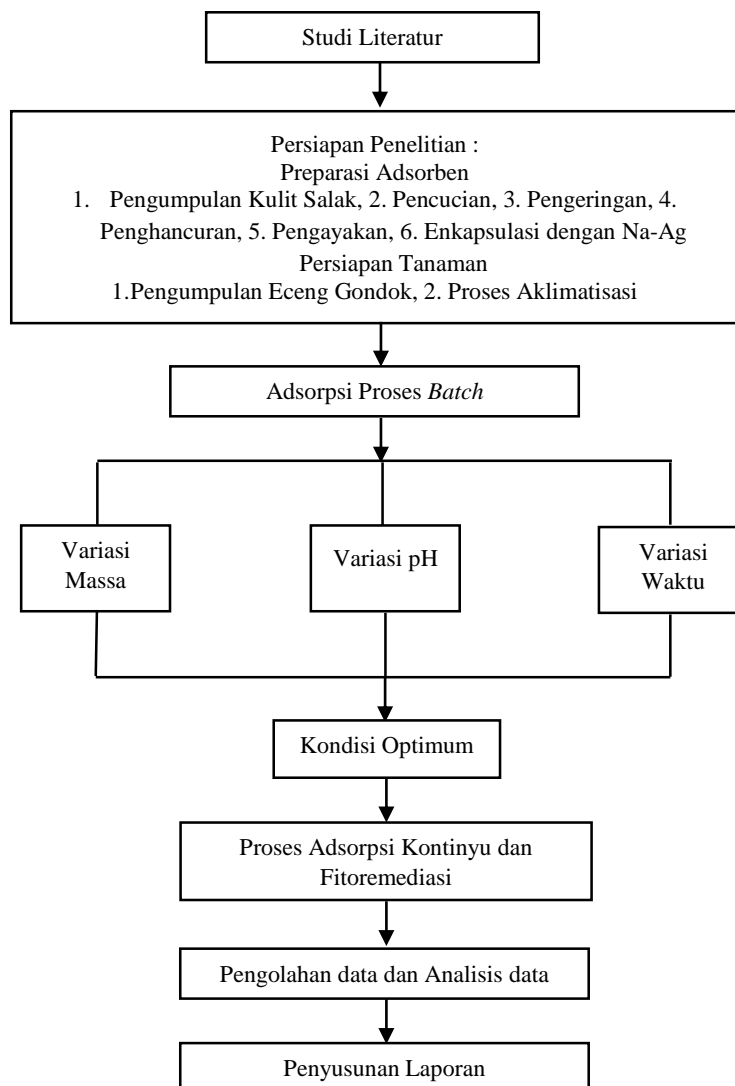


BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Metode penelitian secara umum tentang kombinasi adsorpsi metode kolom dan fitoremediasi dalam penurunan kadar COD (*Chemical Oxygen Demand*) dan TSS (*Total Suspended Solids*) dalam limbah penyamakan kulit dijelaskan melalui diagram alir pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.2 Lokasi Penelitian

Lokasi pengambilan sampel limbah cair penyamakan kulit di Pabrik Kulit Fajar Makmur, Sitimulyo 1, Bantul, D.I. Yogyakarta. Penelitian dilakukan di Laboratorium Kualitas Air Jurusan Teknik Lingkungan, Universitas Islam Indonesia. Karakterisasi menggunakan SEM, dilakukan di Laboratorium Kualitas Lingkungan Jurusan Teknik Lingkungan Universitas Islam Indonesia, sedangkan karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Terpadu Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Orbital Shaker K Model VRN-360, *Magnetic Stirrer*, Neraca Analitik Ohaus Adventure Pro AV264C USA, Gelas Beker PIREX ukuran 100 mL ; 250 mL; 500 mL; dan 1000 mL, Gelas Ukur PYREX ukuran 100 mL, Labu Ukur PYREX ukuran 100 mL, Tabung Refluks ukuran 100x125mm, Karet Hisap, Pipet Volume ukuran 5 mL, Pipet Tetes, Pengaduk Kaca, Sendok Sumbu, Pinset, Kaca Arloji, Oven, Mesin Sieve, Ayakan 50 mesh, Filter Papers Whatman 42 Diameter 125 mm CAT No. 1442-125, pH Universal Indicator McolorpHast, pH meter Lutron PH-291, Spektrofotometer UV-Vis, *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan FTIR.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Limbah Cair Penyamakan Kulit P.T Fajar Makmur, Kulit Salak, Eceng Gondok, Sodium Alginate (Sigma Aldrich), Kalsium Diklorida Dihidrat ($\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) Merck, Larutan Perekasi Asam Sulfat pekat, Larutan Kalium Hidrogen Phtalat $\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$, Asam Sulfamanat), Larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (*digestion solution*), dan Aquades.

3.4 Variabel Penelitian

Variabel dalam penelitian ini terdiri dari variabel bebas dan variabel terikat

3.4.1 Variabel Bebas

Variabel bebas yaitu variabel yang diselidiki pengaruhnya terhadap variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini antara lain :

1. Dosis adsorben : 50 mg ; 100 mg; 200 mg; 300 mg ; 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

3.4.2 Variabel Terikat

1. Adsorben Kulit Salak
2. Tanaman Eceng Gondok
3. Konsentrasi COD (*Chemical Oxygen Demand*) dan TSS (*Total Suspended Solids*) dalam limbah penyamakan kulit
4. Kecepatan Pengadukan : 150 rpm
5. Waktu Pengadukan : 2 Jam

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Adsorben Kulit Salak

Preparasi adsorben kulit salak dimulai dari kulit salak yang digunakan dicuci dengan air mengalir hingga bersih setelah itu dikeringkan. Kulit salak dibilas dengan aquades dan dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 24 jam. Kulit salak kering kemudian diblender hingga halus dan diayak hingga lolos 50 mesh (Wijayanti, 2016).



Gambar 3.2 (a) Kulit salak sebelum dioven, (b) Kulit salak sesudah dioven, (c) Serbuk kulit salak setelah dihaluskan dan diayak ukuran 50 mesh

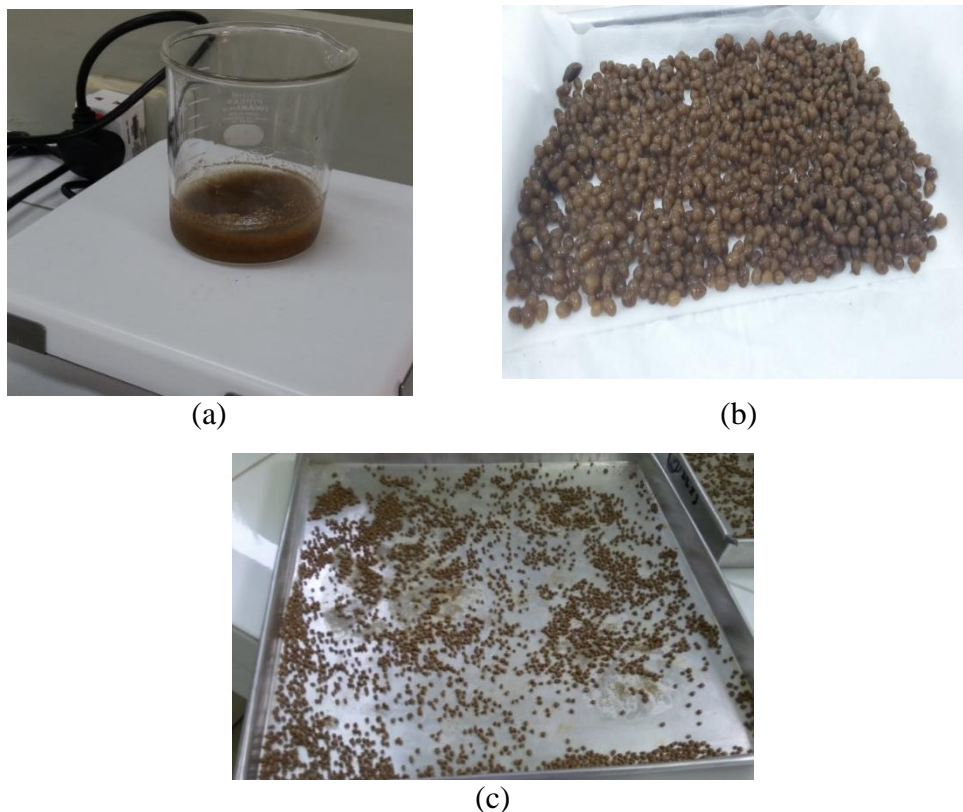
3.5.2 Preparasi Larutan *Sodium Alginate* 3%

Larutan *sodium alginate* dibuat terlebih dahulu sebelum adsorben dengan *sodium alginate* dienkapsulasi. Pembuatan larutan alginat 3% dilakukan dengan melarutkan 3 gr *sodium alginate* dengan aquades sebanyak 100 mL kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen. (Amaliasani, 2016)

3.5.3 Metode Enkapsulasi dengan *Sodium Alginate*

Proses enkapsulasi serbuk salak menggunakan larutan *sodium alginate* dilakukan dengan mencampurkan serbuk kulit salak sebanyak 2 gr pada 30 mL larutan *sodium alginate* 3%. Campuran dihomogenkan menggunakan *magnetic*

stirrer selama 1 jam kemudian diteteskan pada larutan CaCl_2 10% hingga berbentuk butiran dan didiamkan selama 30 menit. Butiran adsorben yang terbentuk akan dioven selama ± 2 jam dalam suhu 80°C . (Amaliasani, 2016)



Gambar 3.3 (a) Campuran larutan *sodium alginate* dan serbuk kulit salak, (b) Adsorben Kulit salak setelah dienkapsulasi, (c) Adsorben setelah dioven

3.5.4 Karakterisasi Adsorben

Karakterisasi adsorben diperlukan untuk mengetahui kandungan-kandungan unsur yang terdapat dalam adsorben serta ciri yang terlihat. Pengujian adsorben dilakukan dengan melihat karakterisasi dari kulit salak murni dan terenkapsulasi alginate gel serta kondisi adsorben sebelum dan setelah adsorpsi. Pada pengujian ini dilakukan 2 pengujian yakni SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan FTIR (*Forrier Transform Infra Red*).

Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscopy*) merupakan pengujian untuk mengetahui bentuk dan permukaan dari adsorben (morfologi dan topologi) media dengan pembesaran 200 – 500.000 kali serta ukuran dari partikel

FTIR (*Forrier Transform Infra Red*) adalah pengujian yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan senyawa yang terkandung dalam adsorben. Pengujian FTIR melihat perbandingan gugus fungsi antara serbuk salak sebelum dan setelah terenkapsulasi serta adsorben sebelum dan setelah mengalami proses adsorpsi.

3.5.5 Pengujian Adsorpsi dengan Metode *Batch*

Pengujian adsorpsi dengan metode *batch* dilakukan untuk menemukan kondisi optimum yang diperlukan bagi adsorben. Pengujian adsorpsi metode *batch* pada adsorben kulit salak terenkapsulasi dilakukan dengan variasi massa, variasi pH, dan variasi waktu

3.5.5.1 Penentuan Massa Optimum

Penentuan massa optimum dilakukan dengan membuat variasi massa adsorben. Variasi massa adsorben yang digunakan untuk menentukan massa optimum adalah 50, 100, 200, 300, dan 400 mg. Limbah cair penyamakan kulit sebanyak 100 mL diaduk selama 2 jam dengan kecepatan pengadukan 150 rpm dengan variasi massa berbeda. Massa optimum yang dihasilkan selanjutnya digunakan dalam penentuan pH optimum.

3.5.5.2 Penentuan pH Optimum

Setelah diketahui massa optimum dalam proses adsorpsi, selanjutnya massa optimum digunakan untuk mengetahui kapasitas adsorpsi dalam berbagai variasi pH, variasi yang digunakan. Variasi pH yang digunakan diantaranya 3, 5, 7, 9, dan 11. Penkondisian variasi pH dilakukan dengan menggunakan larutan HCl 0,1 N dan Larutan NaOH 0,1 N.

Limbah cair penyamakan kulit sebanyak 100 mL kemudian diaduk selama 2 jam dengan kecepatan 150 rpm menggunakan *magnetic stirrer*. Kondisi pH yang menunjukkan kapasitas penyerapan tertinggi akan digunakan dalam menentukan kondisi optimum selanjutnya.

3.5.5.3 Penentuan Waktu Optimum

Penentuan waktu optimum diuji dengan bervariasi waktu pengadukan 15, 30, 60, 90, dan 120 menit. Sebanyak 100 mL limbah cair penyamakan kulit diaduk dengan variasi waktu berbeda dengan kecepatan 150 rpm hingga didapat kapasitas penyerapan terbesar yang dapat digunakan sebagai kondisi waktu paling optimum.

3.5.6 Pengujian Adsorpsi Metode Kolom dan Fitoremediasi

3.5.6.1 Persiapan Tanaman Eceng Gondok

Persiapan tanaman eceng gondok meliputi kriteria pemilihan tanaman yang akan digunakan dalam proses fitoremediasi serta proses aklimatisasi tanaman eceng gondok sebelum dilakukan proses fitoremediasi.

3.5.6.1.1 Kriteria Tanaman Eceng Gondok

Tanaman eceng gondok yang digunakan dalam fitoremediasi dipilih berdasarkan keseragaman. Tanaman eceng gondok yang digunakan memiliki spesifikasi dengan kriteria : jumlah daun 3-6 lembar, daun yang masih segar dan tidak menguning, panjang daun 3-6 cm, tinggi tanaman 10-14 cm dan berat basah sekitar 15-20 gr (Hartanti *et al.*, 2014).

Sebelum tumbuhan ini dipergunakan untuk pengujian perlu dicuci terlebih dahulu dan kemudian ditanam dalam kolam yang berisi air. Keseragaman tumbuhan uji dipertimbangkan dari kesamaan lokasi pengambilannya, umurnya yaitu dipilih yang berumur muda yang dapat dilihat dari morfologinya, ukuran tumbuhan dipilih yang seragam tingginya dan jumlah daunnya (Siswoyo *et al.*, 2009).

3.5.6.1.2 Aklimatisasi Tanaman Eceng Gondok

Aklimatisasi bertujuan untuk penyesuaian diri tanaman eceng gondok dalam lingkungan laboratorium. Jumlah tumbuhan Eceng gondok dalam setiap reaktor diperhitungkan berdasarkan jarak tanam atau kepadatannya di dalam reaktor tersebut, dimana setiap reaktor uji diberi tumbuhan ini dengan jumlah yang sama 10 buah. Sebanyak 10 buah eceng gondok yang berat panjang serta ukurannya di perkirakan sama, ini dikarenakan agar dalam proses penyerapan tanaman bisa mempunyai kemampuan yang sama. Tanaman eceng gondok diaklimatisasi selama satu minggu. Setelah masa aklimatisasi berakhir, sampel tanaman eceng gondok yang akan diuji dipilih yang benar-benar sehat (Rukmi *et al.*, 2013).

3.5.6.2 Pengoperasian Reaktor Kolom dan Fitoremediasi

Pengoperasian kolom pada proses adsorpsi dilakukan setelah mengetahui kondisi paling optimum bagi adsorben yang diperlukan untuk menyerap polutan dalam air. Volume limbah cair penyamakan kulit sebesar 35 L dialirkan pada reaktor kolom dengan massa 40 gr. Massa yang digunakan pada kolom merupakan hasil penkondisian massa optimum yang didapat melalui proses *batch* dengan volume limbah asli yang digunakan.

Limbah cair dipompa dalam kolom dalam sekali pengaliran. *Output* yang dihasilkan dari kolom akan dilanjutkan dalam proses fitoremediasi selama 14 hari. Hasil dari *output* kolom adsorpsi akan digunakan sebagai bak kontrol dan diolah lagi dalam proses fitoremediasi. Efluen dari proses fitoremediasi akan dibandingkan dengan kontrol pada efluen adsorpsi kolom.

Analisa sampel dilakukan setiap hari, ini bertujuan untuk dapat lebih mengetahui perbandingan penurunan yang signifikan pada konsentrasi setiap harinya. (Siswoyo *et al.*, 2009).

Waktu pengujian sampel dilakukan pada hari ke-0 sampai hari ke-14 dengan pertimbangan waktu tersebut merupakan waktu kontak sistem pengolahan secara alamiah (*natural treatment*) yang biasa dipergunakan. Variasi waktu pengambilan

sampel juga dimaksudkan untuk mencari waktu kontak yang paling optimal (Siswoyo *et al.*, 2009).

3.6 Pemeriksaan Hasil Penelitian

Seperti yang telah dijelaskan pada bagan alir penelitian bahwa sampel-sampel yang telah menjalani proses *batch* untuk menentukan dosis optimum adsorben dan pada proses reaktor adsorpsi dan fitoremediasi akan dianalisa di Laboratorium. Parameter COD akan dianalisis menggunakan metode refluks tertutup secara spektrofotometri (SNI 6989.2.2009) sedangkan parameter TSS akan dianalisis menggunakan metode gravimetri (SNI 06-6989.3-2004).

3.7 Analisa Data

Analisa data untuk penentuan kualitas air dengan membandingkan konsentrasi awal COD dan TSS pada limbah dengan konsentrasi COD dan TSS setelah menjalankan proses *batch* dan reaktor kombinasi adsorpsi dan fitoremediasi yang digunakan melalui persamaan :

1) Efisiensi Adsorpsi

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

Keterangan :

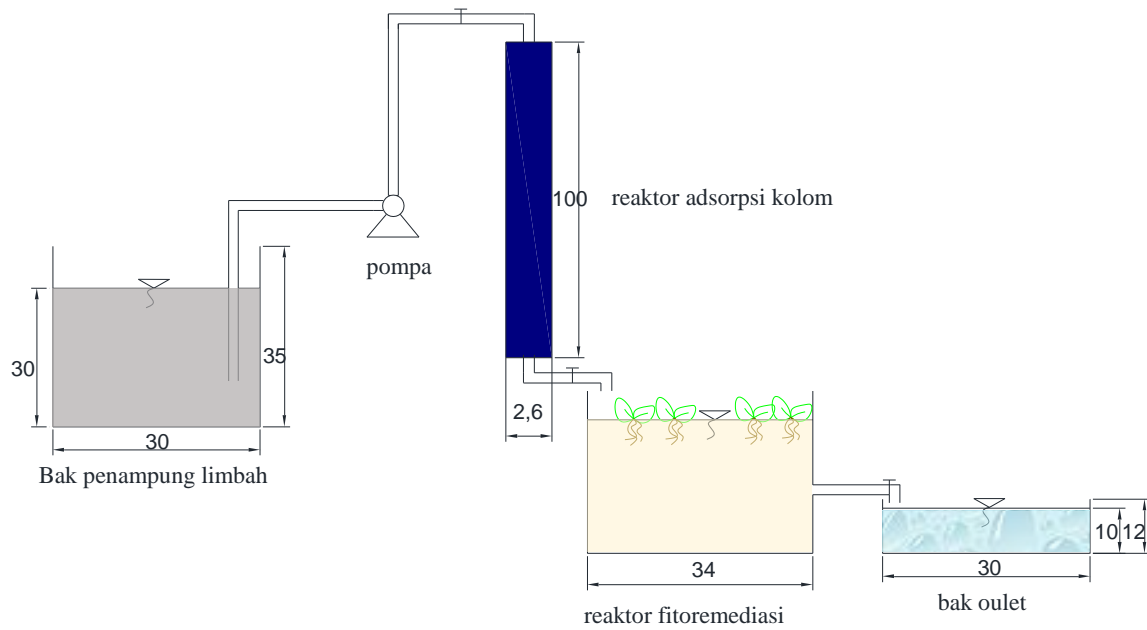
η = *Overall efficiency* (%)

C_0 = Konsentrasi sebelum proses adsorpsi (mg/L)

C_a = Konsentrasi setelah proses adsorpsi (mg/L)

3.8 Desain Reaktor

Desain reaktor berdasarkan pada asumsi penggunaan air limbah yang akan diuji sebesar 35 L. Reaktor terdiri dari bak penampung limbah, pompa, kolom adsorpsi, reaktor fitoremediasi dan dan outlet. Desain reaktor dapat dilihat pada gambar 3.4 berikut ini.



Gambar 3.4 Desain Reaktor Penelitian