

BAB III METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan metode eksperimen karena dilakukan manipulasi terhadap variabel dan adanya kontrol (Nazir, 1938).

B. Desain Penelitian

Pada penelitian ini digunakan desain percobaan rancangan acak lengkap (RAL) karena dilakukan di dalam laboratorium dimana kondisi cuaca dapat dikontrol (Nazir, 1938:234). Semua sampel dapat ditempatkan dimana saja karena kondisi di dalam labotarorium dianggap homogen.

Penelitian ini terdiri atas satu kontrol dan enam perlakuan, yaitu dengan penambahan serbuk biji *Sesbania sesban* sebagai biokoagulan. Konsentrasi optimum yang digunakan dalam penelitian inti adalah 295 mg, 305 mg, 315 mg, 325 mg, 335 mg, 345 mg, konsentrasi ini didapat dari rentang konsentrasi kasar. Volume limbah cair industri batik tiap-tiap perlakuan sebanyak 500 ml, maka konsentrasi biji *Sesbania sesban* yang digunakan adalah 590 mg/l, 610 mg/l, 630 mg/l, 650 mg/l, 670 mg/l, dan 690 mg/l. Penentuan banyaknya pengulangan pada rancangan acak lengkap (RAL) (Gomes,1995) didasarkan atas nilai minimal derajat yaitu minimal sama dengan 20, maka banyaknya sampel yang digunakan pada penelitian inti adalah 24 sampel dengan pengulangan sebanyak empat kali. Banyaknya pengulangan diperoleh dengan rumus sebagai berikut:

$$\begin{aligned} T(r-1) &\geq 20 \\ 6(r-1) &\geq 20 \\ 6r &\geq 26 \\ r &\geq 4,33 \end{aligned}$$

keterangan : t = perlakuan ; r = replikasi = (Gomes, 1995).

Jumlah kelompok percobaan atau plot disusun secara acak yaitu sebagai berikut:

A1	C1	A2	F3	D1	B3	G1
B4	D4	E2	B1	C3	G4	E3
C2	G3	A3	E4	D3	D2	F2
F4	E1	G2	F1	B2	A4	A4

Keterangan :

- A : kontrol (0 mg/l)
 B : konsentrasi biji *Sesbania sesban* 590 mg/l
 C : konsentrasi biji *Sesbania sesban* 610 mg/l
 D : konsentrasi biji *Sesbania sesban* 630 mg/l
 E : konsentrasi biji *Sesbania sesban* 650 mg/l
 F : konsentrasi biji *Sesbania sesban* 670 mg/l
 G : konsentrasi biji *Sesbania sesban* 690 mg/l

C. Populasi dan Sampel

1. Populasi

Populasi yang digunakan dalam penelitian adalah seluruh limbah cair industri batik yang diambil dari pabrik batik Komar yang berada di jalan Cibeunying.

2. Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian adalah 24 buah sampel limbah cair industri batik. Jumlah volume masing-masing tiap perlakuan yaitu sebanyak 500 ml yang dimasukan ke dalam *beker glass* yang diberi serbuk biji *Sesbania sesban* sebagai biokoagulan. Konsentrasi optimum yang digunakan adalah 590 mg/l, 610 mg/l, 630 mg/l, 650 mg/l, 670 mg/l, 690 mg/l, dan satu kontrol 0 mg/l, masing-masing dengan empat kali pengulangan.

- Variabel terikat : Kekeruhan, COD, BOD, TSS, dan, kesadahan
 Variabel bebas : Konsentrasi biji *Sesbania sesban*
 Variabel kontrol : Jumlah volume sampel limbah cair industri batik dan derajat keasaman.

D. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan mulai bulan Maret hingga Juni 2013. Analisis sifat fisik dan kimiawi meliputi turbiditas, TSS, BOD, COD, pH dilakukan di laboratorium Ekologi dan Fisiologi Jurusan Pendidikan FPMIPA UPI, sedangkan untuk uji kesadahan dilakukan di Balai Kesehatan Hasan Sadikin.

E. Alat dan Bahan Penelitian

Penelitian ini menggunakan sampel limbah cair industri batik yang didapat dari industri batik Komar yang berada di jalan Cibeunying, materi utama yang berfungsi sebagai biokoagulan adalah serbuk biji *Sesbania sesban*.

Alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

Tabel 3.1 Alat yang digunakan dalam penelitian

No.	Nama Alat	Spesifikasi	Jumlah
1.	Mortal & Alu	-	1 pasang
2.	Saringan	-	1 buah
3.	<i>Mechanical stirrer</i>	Ika Lbortechnik Staifen RW-16 B	2 unit
4.	pH meter	Uchida KT-1A	1 unit
5.	Gunting	-	1 buah
6.	Kertas saring	Whatman 42	30 biji
7.	Kertas label	500 MI	1 pak
8.	<i>Microturbidimeter</i>	Hanna-HI 93703	1 unit
10.	Erlenmeyer	250 ml	10 buah
11.	Stopwatch	-	1 buah
12.	Pipet tetes	-	10 buah
13.	Batang pengaduk	-	1 buah
14.	Gelas ukur	100 ml	5 buah
15.	Oven	Sibata SPF-450	1 unit
16.	Desikator	-	1 unit
17.	Cawan petri	-	10 buah
18.	Botol BOD	-	25 buah
19.	Waterbath	-	1 unit
20.	Labu ukur 100 ml	-	7 buah
21.	Labu elenmeyer 250 ml	-	7 buah
22.	Peralatan refluks yang terdiri dari labu elemeyer, pendingin leibig 30 cm	-	1 unit
23.	Timbangan analitik	-	1 unit
24.	DO meter	-	1 unit

Tabel 3.2 Bahan yang digunakan dalam penelitian

No.	Nama bahan	Jumlah
1.	NaOH 0,2 M	50 ml
2.	H ₂ SO ₄ pekat	500 ml
3.	Buffer pH 4	50 ml
4.	Buffer pH 7	50 ml
5.	Sodium sulfite anhydrous	2 gram
6.	Aquades	2 liter
7.	Air limbah batik	20 liter
8.	HgSO ₄	0,48 gram
9.	Boraks	0,10 gram
10.	K ₂ Cr ₂ O ₇	3,064 gram
11.	Fero ammonium sulfat 0,1 N	2 gram
12.	Biji <i>Sesbania sesban</i>	100 gram
13.	Ag ₂ SO ₄	5 gram
14.	Indikator feroin	25 ml
15.	Alkali iodida-azida	30 ml
16.	N ₂ S ₂ O ₃ 0,025 N	50 ml
17.	MnSO ₄	30 ml
18.	Amilum	25 ml

F. Prosedur Pelaksanaan

Terdapat beberapa tahapan kerja dalam penelitian ini yaitu tahap persiapan, prapenelitian, penelitian inti, pengolahan data, analisis data, dan penyusunan.

a) Persiapan

1. Semua alat yang digunakan dipersiapkan dan dibersihkan.
2. Pengambilan biji *Sesbania sesban* di lapangan daerah Cihideung dan pembuatan serbuk biji *Sesbania sesban*, tahapannya yaitu:

Biji *Sesbania sesban* yang digunakan adalah biji yang sudah kering dengan ciri-ciri berwarna coklat dan memiliki tekstur biji yang keras. Biji *Sesbania sesban* direndam selama 12 jam kemudian ditiriskan dan dikeringkan di dalam oven sampai kandungan airnya hilang, pada suhu berkisar 80-100⁰C, hal ini bertujuan agar memudahkan pembuatan serbuk biji *Sesbania sesban*. Biji yang sudah kering dihaluskan menggunakan alu dan mortal kemudian disaring dengan menggunakan saringan, hasil

saringan ini berupa serbuk biji *Sesbania sesban* yang halus. Biji *Sesbania sesban* dalam bentuk serbuk yang halus sudah dapat digunakan sebagai biokoagulan dan ditimbang terlebih dahulu menggunakan timbangan digital (tipe HM-200) sesuai konsentrasi optimum yang telah ditentukan pada pra penelitian.



Gambar 3.1 Pembuatan serbuk biji *Sesbania sesban*
Sumber : Dokumentasi pribadi

3. Pengambilan sampel limbah cair batik diambil dari industri batik Komar yang berada di jalan Cibeunying.



Gambar 3.2 Pewarnaan dan perebusan kain batik di pabrik Komar
Sumber : Dokumentasi pribadi

b) Tahap Pra Penelitian (Jar Test)

Jar tes merupakan metode standar yang dilakukan untuk menguji proses koagulasi (Gozan *et al.*, 2006; Kemmer, 2002). Data yang dihasilkan dengan melakukan jar test antara lain konsentrasi optimum, pengendapan optimum, dan pH optimum.

1. Analisis sifat fisik dan kimiawi limbah cair industri batik

Analisis limbah yang dilakukan mencakup turbiditas, pH, BOD, COD, TSS, dan kesadahan.

2. Penentuan pH optimum proses koagulasi-flokulasi dengan biji *Sesbania sesban*

Aktivitas koagulasi-flokulasi dengan menggunakan biokoagulan efektif pada pH asam (Lestari, 2005). Rentang pH yang digunakan untuk menentukan pH optimum adalah 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5; 4; 4,5; dan 5. Pada tahap ini variabel yang berpengaruh adalah konsentrasi koagulan (*Sesbania sesban*), lamanya pengadukan dan pengendapan dibuat tetap. Menentukan pH optimum dilakukan dengan cara 210 mg serbuk biji *Sesbania sesban* dimasukkan ke dalam *beker glass* dengan volume limbah 500 ml. Sampel kemudian ditentukan tingkat keasamannya dengan menambahkan H₂SO₄ 2M dan NaOH 0,2 M hingga pH yang diinginkan tercapai. Sampel kemudian diaduk dengan menggunakan *mecahinel stirer* dengan menggunakan dua kombinasi yang mengacu pada penelitian sebelumnya, yaitu (Aryani, 2006), untuk pengadukan lambat 40 rpm selama 15 menit, dan untuk pengadukan cepat 156 rpm selama 10 menit, dan (Mardiyana, 2009) untuk pengadukan lambat 40 rpm selama 20 menit dan untuk pengadukan cepat 168,89 rpm selama 10 menit, hal ini dilakukan untuk mencari pengadukan mana yang paling optimum. Sampel kemudian diendapkan selama 3 jam untuk menunjang proses sedimentasi. Nilai pH optimum berdasarkan nilai efektivitas turbiditas yang dihasilkan.

3. Penentuan kecepatan pengadukan optimum

Menentukan pengadukan optimum dilakukan dengan mengkombinasikan pengadukan cepat dan pengadukan lambat. Menentukan pengadukan optimum dilakukan dengan dua cara yang mengacu pada penelitian sebelumnya yaitu (Aryani, 2006) dan (Mardiyana, 2009). Hal ini dilakukan untuk mengetahui pengadukan mana yang paling optimum. Pengadukan cepat 156 rpm selama 15 menit dan untuk pengadukan lambat 40 rpm selama 10 menit (Aryani, 2006). Pengadukan cepat 168,89 rpm selama 20 menit dan untuk pengadukan lambat 40 rpm selama 20 menit (Mardiyana, 2009). Hasil setelah analisis menunjukkan

bahwa pengadukan optimum yang paling baik mengacu pada (Aryani, 2006). Sampel di endapkan selama tiga jam.

Pengadukan cepat pada kecepatan 300-400 rpm akan menyebabkan restabilisasi koloid karena menghambat terjadinya proses tumbukan, sedangkan pengadukan lambat dengan kecepatan lebih dari 75 rpm akan mengakibatkan pemutusan ikatan jembatan antar partikel karena pengadukan yang terlalu cepat (Hadiana, 2003).

4. Penentuan rentang konsentrasi optimum

Menentukan rentang konsentrasi untuk penelitian inti ditentukan dari rentang konsentrasi kasar yang telah ditentukan pada pra penelitian dan nantinya dicari rentang konsentrasi halus. Pada tahap ini variabel yang berpengaruh seperti pH, cepat lambatnya pengadukan, dan waktu pengendapan. Rentang konsentrasi untuk penelitian berdasarkan nilai efektivitas penurunan turbiditas yang dihasilkan.

c) Penelitian Inti

1. Analisis sifat fisik dan kimiawi sampel air limbah cair industri batik

1.1. Kekeruhan

Untuk mengukur kekeruhan digunakan alat *Mikroturbidimeter*, sampel air dimasukan kedalam *beker glass* sampai mencapai volume yang diinginkan volume air limbah ini sebanyak 500 ml. *Beker glass* yang telah diisi sampel air limbah batik di ukur kekeruhannya menggunakan *mikroturbidimeter*, setelah itu nilai pada layar dibaca. Kalibrasi *mikroturbidimeter* ini menggunakan air lalu biasanya kalibrasi selama delapan jam atau menunggu layar sampai menunjukkan angka nol setelah itu mikroturbidimeter dapat digunakan.

1.2. Derajat keasaman (pH)

Penentuan pH merupakan salah satu yang terpenting dan sering digunakan dalam pengujian kimia air. Secara praktis setiap tahap dari pengolahan air limbah misalnya netralisasi asam basa, penguapan, koagulasi dan kontrol korosi tergantung dari pH (Gozan, 2006). Penelitian

ini untuk mengukur nilai pH digunakan alat pH meter dengan spesifikasi Uchida KT-1A. Pengukuran pH meter dilakukan dengan cara memasukan 500 ml sampel limbah cair industri batik yang akan di ukur ke dalam *beker glass* setelah itu derajat keasaman diukur menggunakan pH meter lalu angka pada layar dibaca. Kalibrasi pH meter ini menggunakan larutan buffer 4 dan buffer 7, perlakuan di ulang sebanyak tiga kali agar mendapat hasil yang konstan.

1.3. Kesadahan

Pengukuran kesadahan limbah cair industri batik dilakukan di Balai Lingkungan Kesehatan (BLK) yang berada di rumah sakit Hasan Sadikin. Pengukuran kesadahan di BLK dilakukan dengan metode pemeriksaan SNI. No. 06-6989.73.2009. Metode titrasi dengan *Etilen Diamine Tetra Asetat* (EDTA), prinsip dari kesadahan ini adalah kalsium (Ca) dan magnesium (Mg) dalam air dapat membentuk senyawa kompleks dengan *Etilen Diamine Tetra Asetat* (EDTA) pada suatu pH tertentu. Untuk mengetahui titik akhir titrasi digunakan indikator logam yaitu EBT (*Eichrome Black T*).

Prosedur pelaksanaan kesadahan adalah air sampel sebanyak 100 ml dimasukan ke dalam labu *erlemeyer*. Tambahkan 5 ml buffer pH 10 dikocok hingga homogen. Tambahkan 50 mg indikator EBT. Sampel dititrasi dengan EDTA 0,01 M, perubahan warna sampel menjadi biru merupakan titik akhir titrasi catat jumlah EDTA yang digunakan.

1.4. Biochemical Oxygen Demand (BOD)

Pengukuran BOD menggunakan metode Alkali-Iodida-Azida (idiometri). Sampel dimasukan kedalam BOD 250 ml diusahakan jangan ada gelembung dan hindari terjadinya turbulensi. Sampel diperiksa kadar oksigen terlarut 0 hari dan 5 hari. Pemeriksaan oksigen terlarut pada 0 hari sampel di dalam botol BOD di tambahkan 1 ml larutan $MnSO_4$ dan 1 ml alkali-iodid-azida, botol ditutup dan dikocok beberapa saat hindari gelembung udara, ketika endapan mulai turun tambahkan 1 ml H_2SO_4

pekat botol ditutup dan dikocok sampai homogen. Dua ratus ml larutan dititrasi dengan larutan $\text{N}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025 N sampai warna kuning muda, tambahkan beberapa tetes larutan kanji dan titrasi kembali hingga warna biru hilang, tetes larutan kanji dan titrasi $\text{N}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dicatat. Botol yang lain disimpan dalam inkubator pada suhu 20°C selama 5 hari, setelah 5 hari periksa kadar oksigen terlarut sama seperti pada pemeriksaan kadar BOD pada 0 hari.

Rumus DO

$$\text{DO (ppm)} = \frac{V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times N \text{ Na}_2\text{SO}_3 \times 8 \times 1000}{V \text{ sampel}}$$

Rumus BOD :

$$5 \times [\text{kadar } \{ \text{DO}(0 \text{ hari}) - \text{DO}(5 \text{ hari}) \}] \text{ ppm.}$$

1.5. Chemical Oxygen Demand (COD)

Pengukuran COD merujuk pada (APHA, AWWA, WPCF, 1985) dengan menggunakan metode reflus terbuka *Chemical Oxygen* yaitu dengan oksidasi bahan organik dengan *reflux potassium dichromat* dan asam sulfat pekat atau senyawa organik dalam air dioksidasi oleh larutan kalium dikromat dalam suasana asam, kelebihan kalium dikromat dioksidasi oleh ferro ammonium sulfat dengan indikator feroin. Pengukuran COD dilakukan dengan cara 20 ml air sampel dimasukkan kedalam gelas elemeyer ditambah 0,4 gram serbuk HgSO_4 , 10 ml $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,25 N, dan 30 ml pereaksi H_2SO_4 pekat, reflus selama 2 jam pada suhu 105°C . Sampel didinginkan kemudian sampel diencerkan hingga volume sampel 140 ml. Sampel dititrasi dengan larutan ferro ammonium sulfat 0,1 N dan 2-3 tetes indikator feroin. Perubahan sampel menjadi coklat merupakan titik akhir titrasi, ferro ammonium sulfat yang digunakan dicatat dalam ml.

$$\text{Rumus : COD (mg O}_2\text{/L)} = \frac{(A-B) C \times 8000}{\text{ml sampel}}$$

A = volume (ml) fero amonium sulfat untuk blanko
 B = volume (ml) fero amonium sulfat untuk sampel
 C = normalitas fero ammonium sulfat

1.6. Total Suspended Solid (TSS)

Pengukuran TSS merujuk pada (APHA ,AWWA, WPCF, 1985) dengan metode pengeringan pada suhu 103-105⁰C. Basahi kertas saring secukupnya dengan aquades, kertas saring dipanaskan dalam oven pada suhu 105⁰C selama satu jam dan didinginkan di dalam desikator lalu ditimbang menggunakan timbangan analitik, lakukan pengulangan hingga mendapat berat konstan (B gram), 100 ml sampel disaring dengan menggunakan kertas saring dengan whatman grade 42 dengan diameter 90 mm dan memiliki pori 2 µm. Kertas saring dan residu dipanaskan dalam oven selama 1 jam pada suhu 105⁰C dinginkan dalam desikator lalu ditimbang menggunakan timbangan analitik lakukan pengulangan hingga mendapat berat konstan.

$$\text{TSS (mg/L)} = \frac{(A-B) \times 10^3}{C}$$

A= berat filter dan residu setelah pemanasan 105⁰C (mg)

B= berat filter kering sesudah pemanasan 105⁰C (mg)

C= volume sampel (ml)

G. Pengolahan Data

Data-data yang telah diperoleh seperti turbiditas (NTU), BOD (mg/l), COD (mg/l), dan TSS (mg/l) dihitung efektifitasnya dengan menggunakan rumus:

$$\text{Efektifitas (\%)} = \frac{B-A}{B} \times 100$$

A : Hasil turbiditas, BOD, COD, TSS sesudah pengolahan

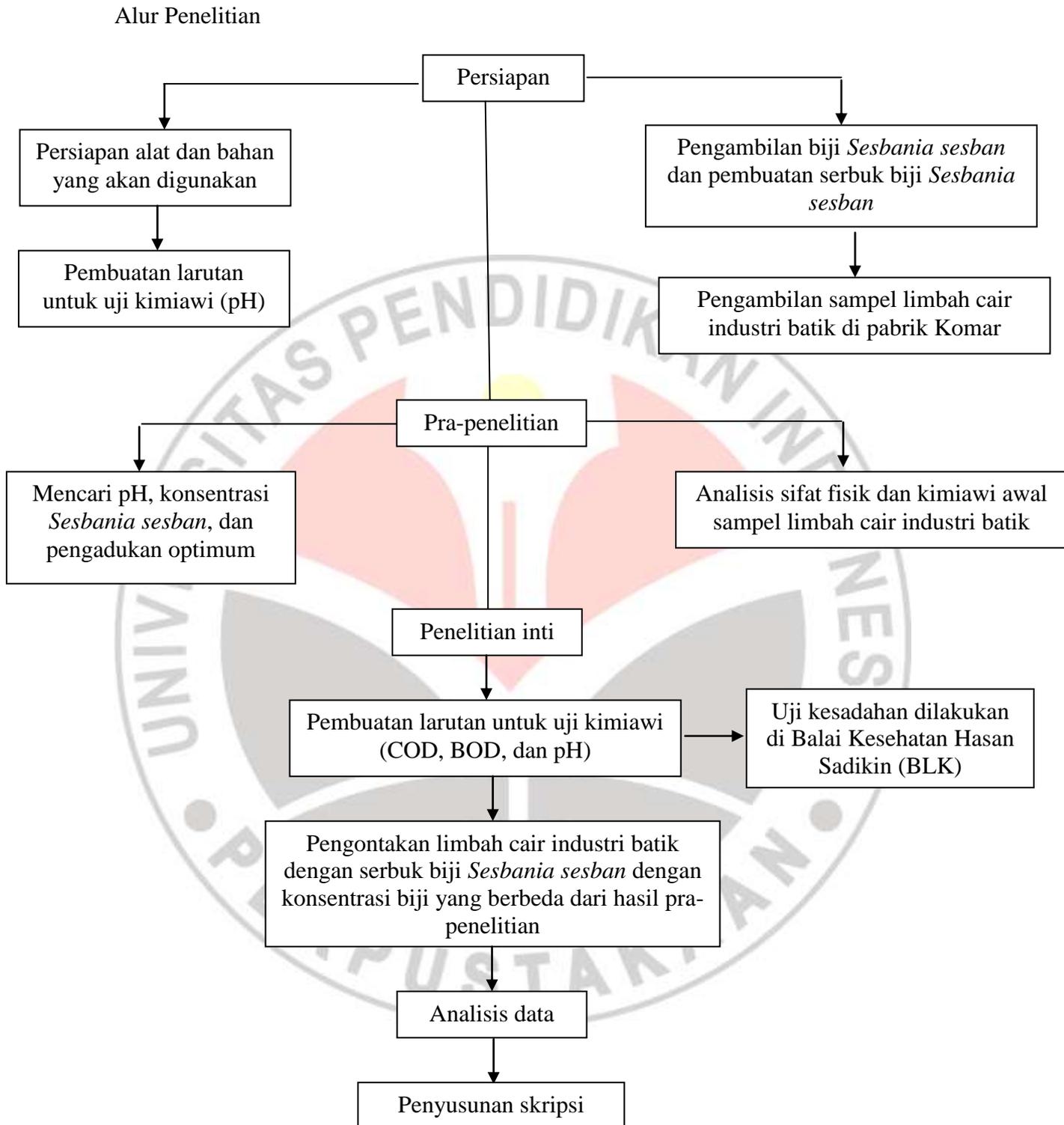
B : Hasil turbiditas, BOD, COD, TSS sebelum pengolahan

(Sumber : Sofyani, 1999).

H. Analisis Data

Uji statistik menggunakan *software SPSS 20.0 for windows*. Data normal dan homogen dilanjutkan dengan uji parametrik yaitu uji Anova, jika hasil signifikan maka pengujian dilanjutkan menggunakan uji Tukey HSD^a dengan nilai $\alpha = 0,05$. Data tidak normal menggunakan uji non parametrik yaitu uji Kruskal-Wallis, jika hasil signifikan maka dilanjutkan uji Tukey HSD^a dengan nilai $\alpha = 0,05$





Gambar 3.2 Rancangan Alur Penelitian