#### **BAB III**

#### METODE PENELITIAN

### 3.1 Tempat Penelitian dan Waktu Penelitian

Kegiatan peneltian dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan, Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Penelitian ini dilakukan dari bulan Maret 2013sampai dengan bulan Oktober 2013.

### 3.2 Sistematika Penelitian

Dalam penelitian ini diperlukan desain yang sistematis untuk mengarahkan dan memudahkan pelaksanaan penelitian. Berdasarkan rumusan masalah dan tujuan yang ingin dicapai, maka disusunlah desain penelitian seperti yang dapat dilihat pada gambar 3.1, yang meliputi:

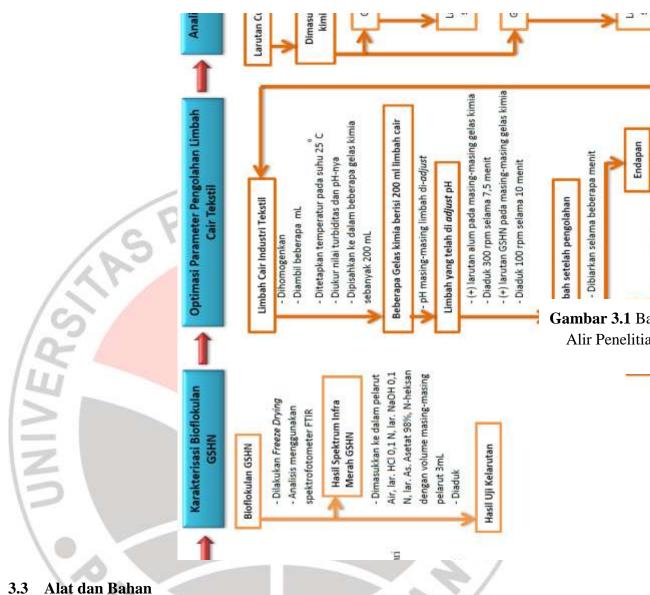
- 1. Tahap Sampling dan Preparasi. Dalam tahap ini, terdapat dua bahan yang perlu dilakukan sampling, yaitu sampling bioflokulan GSHN dan sampling limbah cair tekstil. Dalam proses sampling bioflokulan GSHN, terdapat teknik khusus agar diperoleh sampling bioflokulan GSHN dengan kualitas dan kuantitas yang baik pula tanpa merusak tumbuhan sumber bioflokulan GSHN yang setelah itu dilarutkan dalam pelarut. Dalam proses sampling limbah cair tekstil, dilakukan untuk mengumpulkan limbah cair tekstil dengan jumlah secukupnya tetapi masih mewakili (representatif).
- 2. Tahap Uji kelarutan. Dalam tahap ini, dilakukan uji kelarutan untuk menentukan pelarut terbaik yang akan digunakan sebagai pelarut bioflokulan GSHN.
- 3. Tahap Uji FTIR. Dilakukan uji FTIR untuk mengetahui keberadaan gugus aktif flokulan dalam bioflokulan GSHN.
- 4. Tahap Optimasi. Dalam tahap ini, dilakukan penentuan kondisi optimum parameter pengolahan limbah cair, yaitu pH, konsentrasi koagulan, konsentrasi flokulan, dan waktu sedimentasi.

- 5. Tahap aplikasi. Pada tahap ini dilakukan pengolahan limbah cair tekstil menggunakan kondisi optimum yang diperoleh dari tahap optimasi.
- 6. Tahap analisis logam berat. Pada tahap ini, dilakukan penentuan kadar logam berat pada tiga kondisi limbah, yaitu kondisi limbah sebelum treatment, kondisi limbah yang diolah dengan penambahan koagulan saja (tanpa penambahan flokulan), dan kondisi limbah yang diolah dengan penambahan koagulan dan flokulan.

Bagan alir dari penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.1:



Endapan



#### 3.3.1 Alat

Peralatan Gelas Standar. Dalam penelitian ini peralatan gelas standar yang digunakan adalah gelas kimia 1 L untuk pengondisian suhu limbah cair yang akan diolah dan untuk aplikasi pengolahan limbah pada kondisi optimum; 1 set gelas kimia 400 mL untuk tempat pengolahan; gelas ukur 100 mL untuk mengukur banyaknya limbah yang akan diolah; labu ukur 250 mL untuk melarutkan alum, labu ukur 100 mL untuk melarutkan

bioflokulan GSHN, dam labu ukur 1 L untuk pembuatan larutan NaOH dan HCl.

- Peralatan Pengolahan. Peralatan yang digunakan adalah alat pengaduk (stirer) yaitu Mechanical Stirer merk Eyela Mazela Z.
- Peralatan Analisa yang digunakan adalah Lovibond<sup>®</sup> Turbidimeter.
- Peralatan penunjang, meliputi Glass Electrode pH meter merk Uchida, neraca analitik merk Denver Instrument, pemanas listrik thermo scientific, mikropipet ukuran 2 mL, 5 mL, 10 mL merk Sibata.

### **3.3.2** Bahan

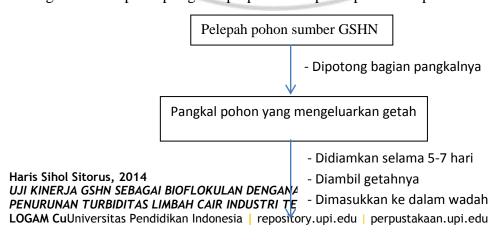
Bahan kimia yang digunakan dalam peneltian ini meliputi: larutan asam klorida (HCl), larutan natrium hidroksida (NaOH), larutan alum/tawas butek (Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>), bioflokulan GSHN, larutan CuSO<sub>4</sub>. Limbah yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah cair tekstil.

### 3.4 Prosedur Kerja

### 3.4.1 Sampling dan Preparasi Bioflokulan GSHN

Dipilih pelepah pohon yang masih muda, kemudian pangkal pelepah pohon dipotong dengan sekali tebas. Pelepah pohon yang telah ditebas, dibiarkan selama satu minggu hingga terkumpul GSHN. GSHN diambil dan disimpan ke dalam wadah yang tertutup dan dikondisikan pada ruangan bersuhu 0°C-5°C. Sebelum digunakan sebagai flokulan, GSHN dilarutkan dalam pelarut sehingga diperoleh bioflokulan GSHN.

Bagan alir tahap sampling dan preparasi sampel dapat dilihat pada Gambar 3.2





Gambar 3.2 Bagan Alir Sampling dan Preparasi Bioflokulan GSHN

### 3.4.2 Karakterisasi GSHN

### 3.4.2.1 Analisis Spektrofotometri FTIR

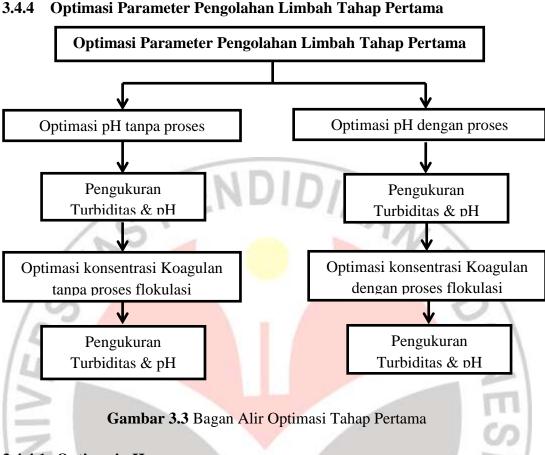
1-10 mg sampel dihaluskan secara hati-hati dengan 100 mg KBr dan dicetak menjadi cakram tipis atau pelet. Kemudian sampel ditempatkan di tempat sampel pada alat spektrometer yang telah tersedia. Kemudian dilakukan prosedur pengoperasian alat. Diperoleh hasil spektrum.

### 3.4.2.2 Uji Kelarutan

Disiapkan tabung reaksi yang masing-masing berisi 5 ml aquades, larutan HCl 0,1 N, larutan NaOH 0,1 N, larutan Asam asetat 98%, dan n-heksan. 0,5 gram GSHN ditambahkan ke dalam tiap tabung. Tabung reaksi diaduk. diamati.

### 3.4.3 Pembuatan Larutan

- 1. Larutan alum  $(Al_2(SO_4)_3)$  5000 ppm, dibuat dengan melarutkan 1,25 gram  $Al_2(SO_4)_3$  dalam labu ukur 250 mL dengan penambahan aquades sampai tanda batas.
- 2. Larutan bioflokulan GSHN 20.000 ppm, dibuat dengan melarutkan 2 gram bioflokulan GSHN dalam labu ukur 100 mL dengan penambahan aquades sampai tanda batas.
- Larutan asam klorida (HCl) 0,1 M, dibuat dengan mengencerkan 8,33 mL
  HCl pekat 12M dalam labu ukur 1000 mL dengan penambahan aquades hingga tanda batas.
- 4. Larutan natrium hidroksida (NaOH) 0,1 M, dibuat dengan melarutkan 4 gram NaOH p.a dalam labu ukur 1000 mL dengan penambahan aquades hingga tanda batas.



3.4.4.1 Optimasi pH

Dilakukan dua perlakuan yang berbeda pada optimasi pH, yaitu:

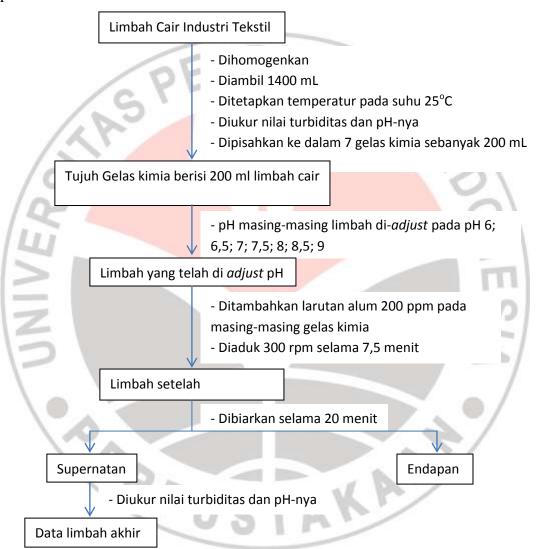
- 1. Optimasi pH tanpa Penambahan Bioflokulan GSHN,
- 2. Optimasi pH dengan Penambahan Bioflokulan GSHN.

### 3.4.4.1.1 Optimasi pH tanpa Penambahan Bioflokulan GSHN

Limbah yang telah siap dihomogenkan dan diambil sebanyak 1400 mL. Temperatur limbah dibuat pada suhu 25°C. Diukur nilai turbiditas dan pH awalnya. 1400 mL limbah tekstil tersebut dibagi ke dalam tujuh gelas kimia hingga masing-masing gelas kimia berisi 200 mL limbah. pH masing-masing limbah tekstil di-*adjust* pada pH 6; 6.5; 7.0; 7.5; 8; 8.5; dan 9 dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. Larutan Alum 200 ppm ditambahkan ke dalam masing-masing limbah dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 7.5 menit. Limbah didiamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap

selama 20 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditas dan pH akhirnya. pH optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil.

Bagan alir optimasi pH tanpa penambahan Bioflokulan GSHN dapat dilihat pada Gambar 3.4



Gambar 3.4. Bagan Alir Optimasi pH tanpa Penambahan Bioflokulan GSHN

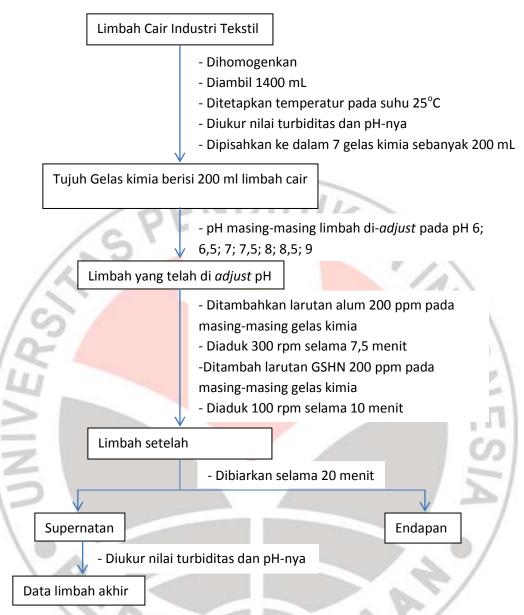
### 3.4.4.1.2 Optimasi pH dengan Penambahan Bioflokulan GSHN

Limbah yang telah siap dihomogenkan dan diambil sebanyak 1400 mL. Temperatur limbah dibuat pada suhu 25°C. Diukur nilai turbiditas dan pH awalnya. 1400 mL limbah tekstil tersebut dibagi ke dalam tujuh gelas kimia

hingga masing-masing gelas kimia berisi 200 mL limbah. pH masing-masing limbah tekstil di-*adjust* pada pH 6; 6.5; 7.0; 7.5; 8; 8.5; dan 9 dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. Larutan Alum 200 ppm ditambahkan ke dalam limbah dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 7.5 menit. Bioflokulan GSHN 200 ppm dimasukkan ke dalam masing-masing limbah dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 100 rpm selama 10 menit. Limbah didiamkan hingga flokflok yang telah terbentuk mengendap selama 20 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditas dan pH akhirnya. pH optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil.

Bagan alir optimasi pH dengan penambahan Bioflokulan GSHN dapat dilihat pada Gambar 3.5





Gambar 3.5 Bagan Alir Optimasi pH dengan Penambahan Bioflokulan GSHN

### 3.4.4.2 Optimasi Konsentrasi Koagulan

Dilakukan dua perlakuan yang berbeda pada optimasi konsentrasi koagulan, yaitu:

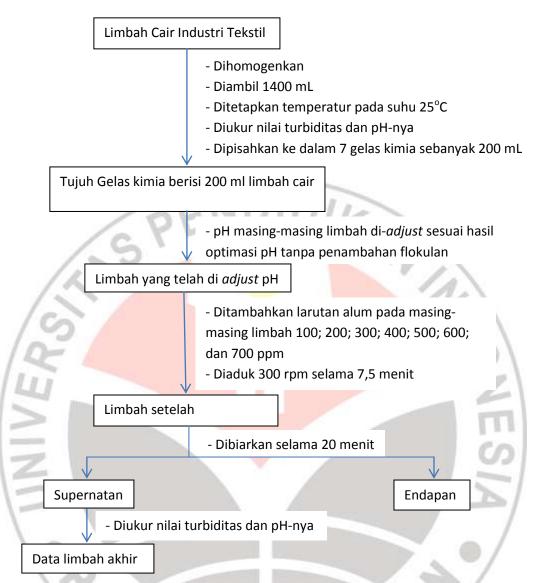
- 1. Optimasi Konsentrasi Koagulan tanpa Penambahan Bioflokulan GSHN,
- 2. Optimasi Konsentrasi Koagulan dengan Penambahan Bioflokulan GSHN.

### 3.4.4.2.1 Optimasi Konsentrasi Koagulan tanpa Penambahan Bioflokulan GSHN

Limbah yang telah siap dihomogenkan dan diambil sebanyak 1400 mL. Temperatur limbah dibuat pada suhu 25°C. Diukur nilai turbiditas dan pH awalnya. 1400 mL limbah tekstil tersebut dibagi ke dalam tujuh gelas kimia hingga masing-masing gelas kimia berisi 200 mL limbah. pH masing-masing limbah tekstil di-*adjust* pada pH x (hasil optimasi pH tanpa penambahan bioflokulan GSHN) dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. Larutan Alum ditambahkan ke dalam masing-masing limbah pada berbagai konsentrasi yaitu 100; 200; 300; 400; 500; 600; dan 700 ppm dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 7.5 menit. Limbah didiamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap selama 20 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditas dan pH akhirnya. Konsentrasi koagulan optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil.

Bagan alir optimasi konsentrasi koagulan tanpa penambahan bioflokulan GSHN dapat dilihat pada Gambar 3.6

PAPU



**Gambar 3.6** Bagan Alir Optimasi Konsentrasi Koagulan tanpa Penambahan Bioflokulan GSHN

## 3.4.4.2.2 Optimasi Konsentrasi Koagulan dengan Penambahan Bioflokulan GSHN

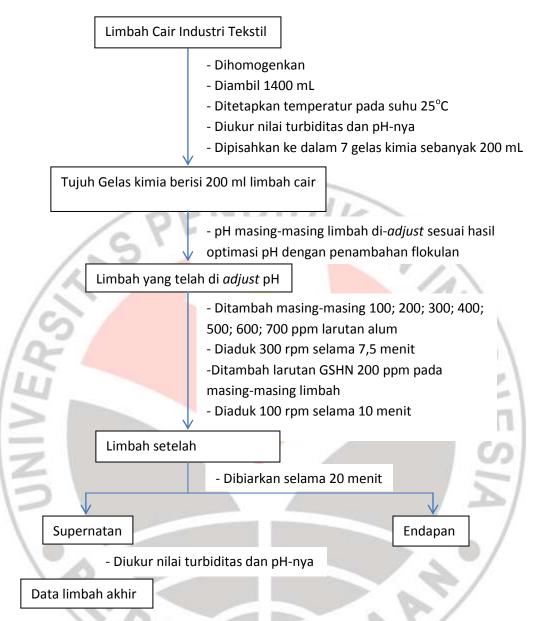
Limbah yang telah siap dihomogenkan dan diambil sebanyak 1400 mL. Temperatur limbah dibuat pada suhu 25°C. Diukur nilai turbiditas dan pH awalnya. 1400 mL limbah tekstil tersebut dibagi ke dalam tujuh gelas kimia hingga masing-masing gelas kimia berisi 200 mL limbah. pH masing-masing limbah tekstil di-*adjust* pada pH x (hasil optimasi pH dengam penambahan

bioflokulan GSHN) dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. Larutan Alum ditambahkan ke dalam masing-masing limbah pada berbagai konsentrasi yaitu 100; 200; 300; 400; 500; 600; dan 700 ppm dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 7.5 menit. Kemudian bioflokulan GSHN 200 ppm ditambahkan ke dalam limbah dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 100 rpm selama 10 menit. Limbah didiamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap selama 20 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditas dan pH akhirnya. Konsentrasi koagulan optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil.

Bagan alir optimasi konsentrasi koagulan dengan penambahan Bioflokulan GSHN dapat dilihat pada Gambar 3.7



39



Gambar 3.7 Bagan Alir Optimasi Konsentrasi Koagulan dengan Penambahan Bioflokulan GSHN

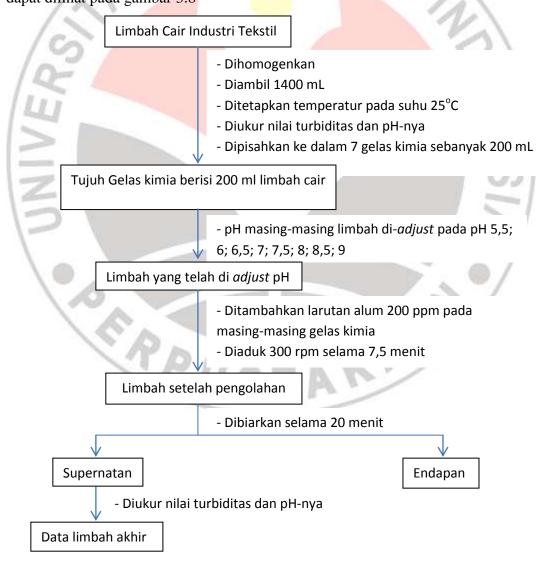
### 3.4.5 Optimasi Parameter Pengolahan Limbah Tahap Kedua

### 3.4.5.1 Optimasi pH

### 3.4.5.1.1 Optimasi pH tanpa Penambahan Bioflokulan GSHN

Limbah yang telah siap dihomogenkan dan diambil sebanyak 1400 mL. Temperatur limbah dibuat pada suhu 25°C. Diukur nilai turbiditas dan pH awalnya. 1400 mL limbah tekstil tersebut dibagi ke dalam tujuh gelas kimia

hingga masing-masing gelas kimia berisi 200 mL limbah. pH masing-masing limbah tekstil di-*adjust* pada pH 5,5; 6; 6.5; 7.0; 7.5; 8; 8.5; dan 9 dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. Larutan Alum x ppm (disesuaikan dengan hasil optimasi konsentrasi koagulan dengan penambahan flokulan) ditambahkan ke dalam masing-masing limbah dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 7.5 menit. Limbah didiamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap selama 20 menit. Filtrat pada masing-masing limbah didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya. pH optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil. Bagan alir optimasi pH setelah diperoleh konsentrasi koagulan optimum dapat dilihat pada gambar 3.8



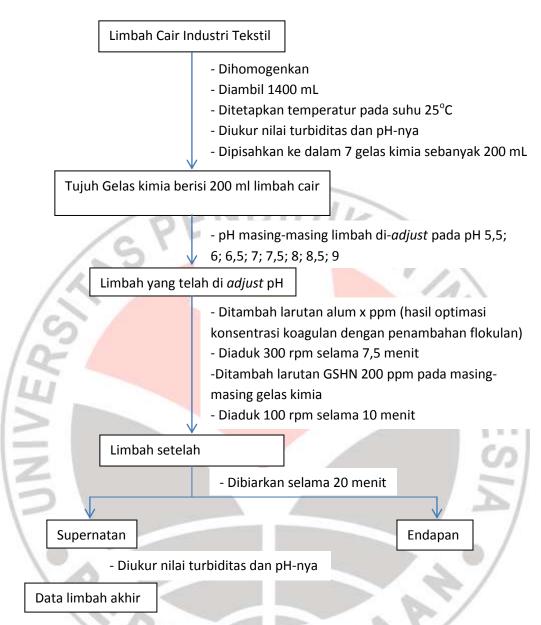
**Gambar 3.8** Bagan Alir Optimasi pH tanpa Penambahan Flokulan Setelah Diperoleh Konsentrasi Koagulan Optimum

### 3.4.5.1.2 Optimasi pH dengan Penambahan Bioflokulan GSHN

Limbah yang telah siap dihomogenkan dan diambil sebanyak 1400 mL. Temperatur limbah dibuat pada suhu 25°C. Diukur nilai turbiditas dan pH awalnya. 1400 mL limbah tekstil tersebut dibagi ke dalam tujuh gelas kimia hingga masing-masing gelas kimia berisi 200 mL limbah. pH masing-masing limbah tekstil di-*adjust* pada pH 5,5; 6; 6.5; 7.0; 7.5; 8; 8.5; dan 9 dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. Larutan Alum x ppm (disesuaikan dengan hasil optimasi konsentrasi koagulan dengan penambahan flokulan) ditambahkan ke dalam masing-masing limbah dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 7.5 menit. Kemudian larutan GSHN 200 ppm ditambahkan ke dalam limbah dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 100 rpm selama 10 menit. Limbah didiamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap selama 20 menit. Filtrat pada masing-masing limbah didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya. pH optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil.

Bagan alir optimasi pH setelah diperoleh konsentrasi koagulan optimum dapat dilihat pada gambar 3.9:

PRPU



**Gambar 3.9** Bagan Alir Optimasi pH dengan Penambahan Flokulan Setelah Diperoleh Konsentrasi Koagulan Optimum

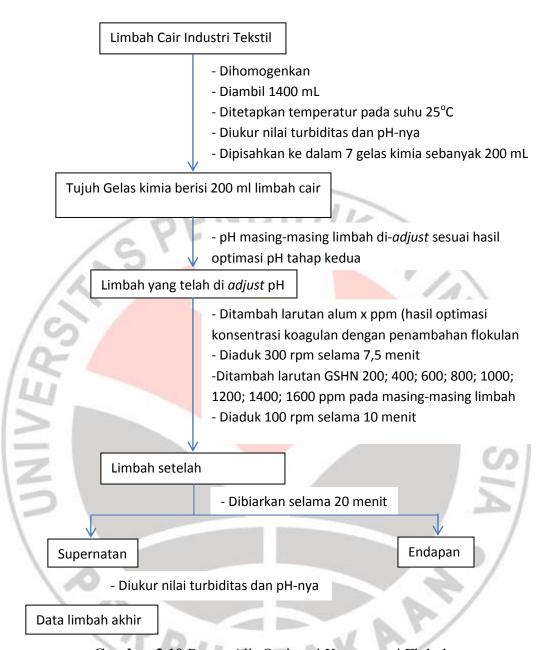
### 3.4.5.2 Optimasi Konsentrasi Flokulan

Limbah yang telah siap dihomogenkan dan diambil sebanyak 1600 mL. Temperatur limbah dibuat pada suhu 25°C. Diukur nilai turbiditas dan pH awalnya. 1600 mL limbah tekstil tersebut dibagi ke dalam delapan gelas kimia hingga masing-masing gelas kimia berisi 200 mL limbah. pH masing-masing limbah tekstil di-*adjust* pada pH x (hasil optimasi pH pada Optimasi Tahap

Kedua) dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. Larutan Alum x ppm (hasil optimasi konsentrasi koagulan dengan penambahan flokulan) ditambahkan ke dalam masing-masing limbah dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 7.5 menit. Kemudian bioflokulan GSHN ditambahkan ke dalam limbah pada berbagai konsentrasi yaitu 200; 400; 600; 800; 1000; 1200; 1400; 1600 ppm dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 100 rpm selama 10 menit. Limbah didiamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap selama 20 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditas dan pH akhirnya. Konsentrasi flokulan optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil.

Bagan alir optimasi konsentrasi flokulan dapat dilihat pada Gambar 3.10





Gambar 3.10 Bagan Alir Optimasi Konsentrasi Flokulan

### 3.4.6 Optimasi Parameter Pengolahan Limbah Tahap Ketiga

### 3.4.6.1 Optimasi Waktu Sedimentasi

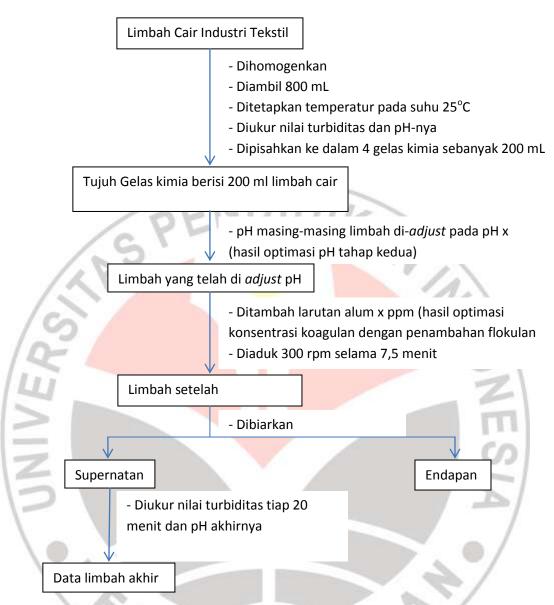
## 3.4.6.1.1 Optimasi Waktu Sedimentasi tanpa Penambahan Bioflokulan GSHN

Limbah yang telah siap dihomogenkan dan diambil sebanyak 800 mL. Temperatur limbah dibuat pada suhu 25°C. Diukur nilai turbiditas dan pH

awalnya. 800 mL limbah tekstil tersebut dibagi ke dalam empat gelas kimia hingga masing-masing gelas kimia berisi 200 mL limbah. pH masing-masing limbah tekstil di-*adjust* pada pH x (hasil optimasi pH pada Optimasi Tahap Kedua) dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. Larutan Alum x ppm (hasil optimasi konsentrasi koagulan dengan penambahan flokulan) ditambahkan ke dalam masing-masing limbah dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 7.5 menit. Limbah didiamkan hingga flok yang terbentuk mengendap. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya tiap 20 menit hingga nilai turbiditas mulai relatif stabil yang setelah itu diukur pH akhirnya. Waktu pengendapan optimum ditentukan pada nilai turbiditas yang mulai realtif stabil.

Bagan alir optimasi waktu sedimentasi tanpa penambahan Bioflokulan GSHN dapat dilihat pada Gambar 3.11





**Gambar 3.11** Bagan Alir Optimasi Waktu Sedimentasi tanpa Penambahan Bioflokulan GSHN

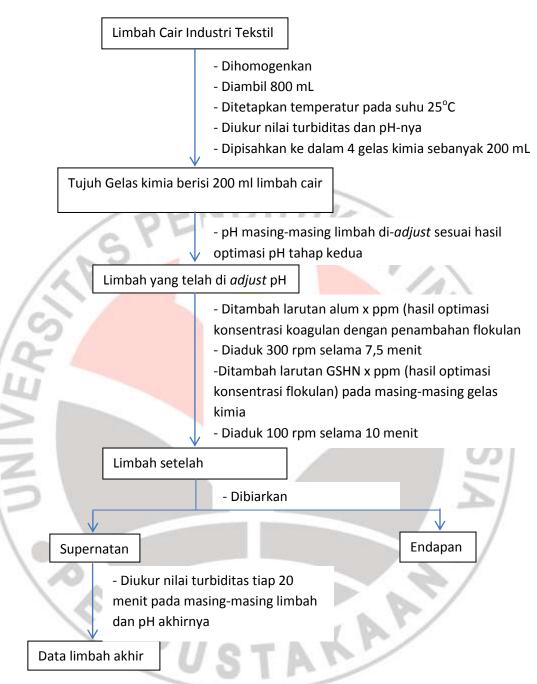
# 3.4.6.1.2 Optimasi Waktu Sedimentasi dengan Penambahan Bioflokulan GSHN

Limbah yang telah siap dihomogenkan dan diambil sebanyak 800 mL. Temperatur limbah dibuat pada suhu 25°C. Diukur nilai turbiditas dan pH awalnya. 800 mL limbah tekstil tersebut dibagi ke dalam empat gelas kimia hingga masing-masing gelas kimia berisi 200 mL limbah. pH masing-masing

limbah tekstil di-*adjust* pada pH x (hasil optimasi pH pada Optimasi Tahap Kedua) dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. Larutan Alum x ppm (hasil optimasi konsentrasi koagulan dengan penambahan flokulan) ditambahkan ke dalam masing-masing limbah dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 7.5 menit. Kemudian bioflokulan GSHN x ppm (hasil optimasi konsentrasi flokulan pada Optimasi Tahap Kedua) ditambahkan dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 100 rpm selama 10 menit. Limbah didiamkan hingga flok yang terbentuk mengendap. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya tiap 20 menit hingga nilai turbiditas mulai relatif stabil yang setelah itu diukur pH akhirnya. Waktu pengendapan optimum ditentukan pada nilai turbiditas yang mulai realtif stabil.

Bagan alir optimasi waktu sedimentasi dengan penambahan Bioflokulan





**Gambar 3.12** Bagan Alir Optimasi Waktu Sedimentasi dengan Penambahan Bioflokulan GSHN

### 3.4.7 Tahap Aplikasi

### 3.4.7.1 Tahap Aplikasi Pengolahan Limbah tanpa Penambahan Bioflokulan GSHN

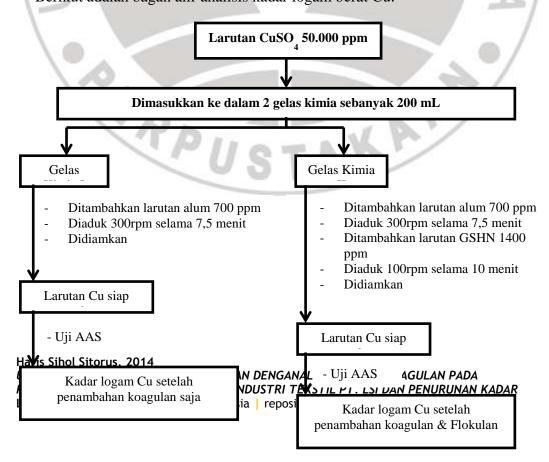
Pada tahap ini, dilakukan pengolahan limbah limbah cair tekstil tanpa proses flokulasi dengan menggunakan parameter-parameter yang telah dioptimasi pada tahap optimasi. Volume limbah yang digunakan sebanyak 600 mL. Sebelum pengolahan dilakukan pengkondisian pH sesuai dengan pH optimum dan dilakukan pengukuran turbiditas awal.

### 3.4.7.2 Tahap Aplikasi Pengolahan Limbah dengan Penambahan Bioflokulan GSHN

Pada tahap ini, dilakukan pengolahan limbah limbah cair tekstil dengan proses koagulasi dan flokulasi dengan menggunakan parameter-parameter yang telah dioptimasi pada tahap optimasi. Volume limbah yang digunakan sebanyak 600 mL. Sebelum pengolahan dilakukan pengkondisian pH sesuai dengan pH optimum dan dilakukan pengukuran turbiditas awal.

### 3.4.8 Analisis Kadar Logam Berat Cu

Berikut adalah bagan alir analisis kadar logam berat Cu:





Gambar 3.13 Bagan Alir Analisis Kadar Logam Berat Cu