

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Lokasi dan waktu penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI yang beralamat di Jl. Dr. Setiabudhi No. 229 Bandung. Untuk keperluan analisis digunakan Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, Laboratorium Farmasi Institut Teknologi Bandung untuk pengeringan sample (*freeze drying*) dan Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan TEKMIIRA untuk pengujian menggunakan instrument AAS. Waktu pelaksanaan kegiatan Penelitian dimulai dari bulan Mei 2013 sampai September 2013.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat Penelitian

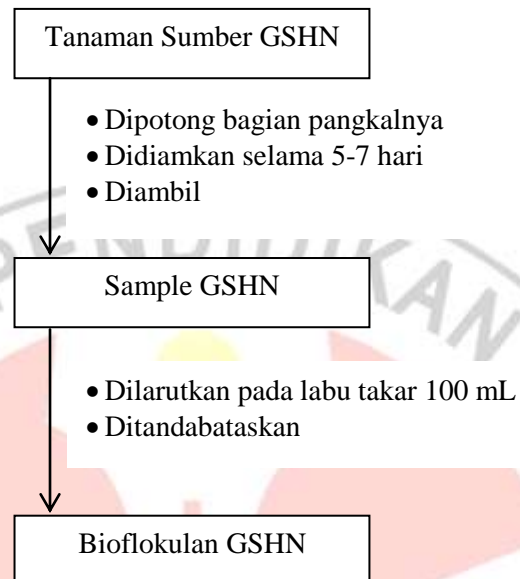
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, Gelas kimia (100, 400, 1000) mL, Labu ukur (100, 250) mL, spatula+pengaduk, *Thermometer*, gelas ukur 250 mL, *electric stirrer*, NTU meter, pipet mikro (2, 5, 10) mL, pipet tetes, *chiller*, neraca analitik, pemanas listrik, jerigen, botol semprot dan peralatan analisis Instrument FTIR, *freeze dryer*, AAS, dan UV-VIS.

3.2.2 Bahan-bahan Penelitian

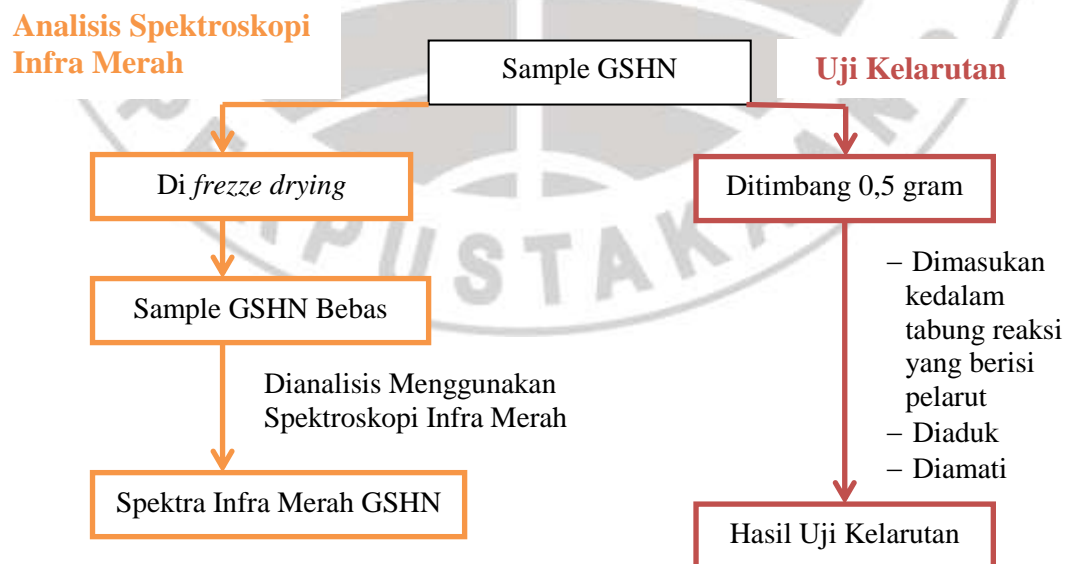
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Limbah, sample GSHN, Natrium Hidroksida (NaOH) 0.1N, Asam Klorida (HCl) 0.1 N, *Ferric Chloride* (FeCl_3), dan aquades.

3.3 Tahapan dan Prosedur Penelitian

Tahapan dan prosedur yang dilakukan dalam penelitian ini dapat dilihat pada gambar berikut :



Gambar 3.1 Bagan Alir Tahap Preparasi Bioflokulan GSHN

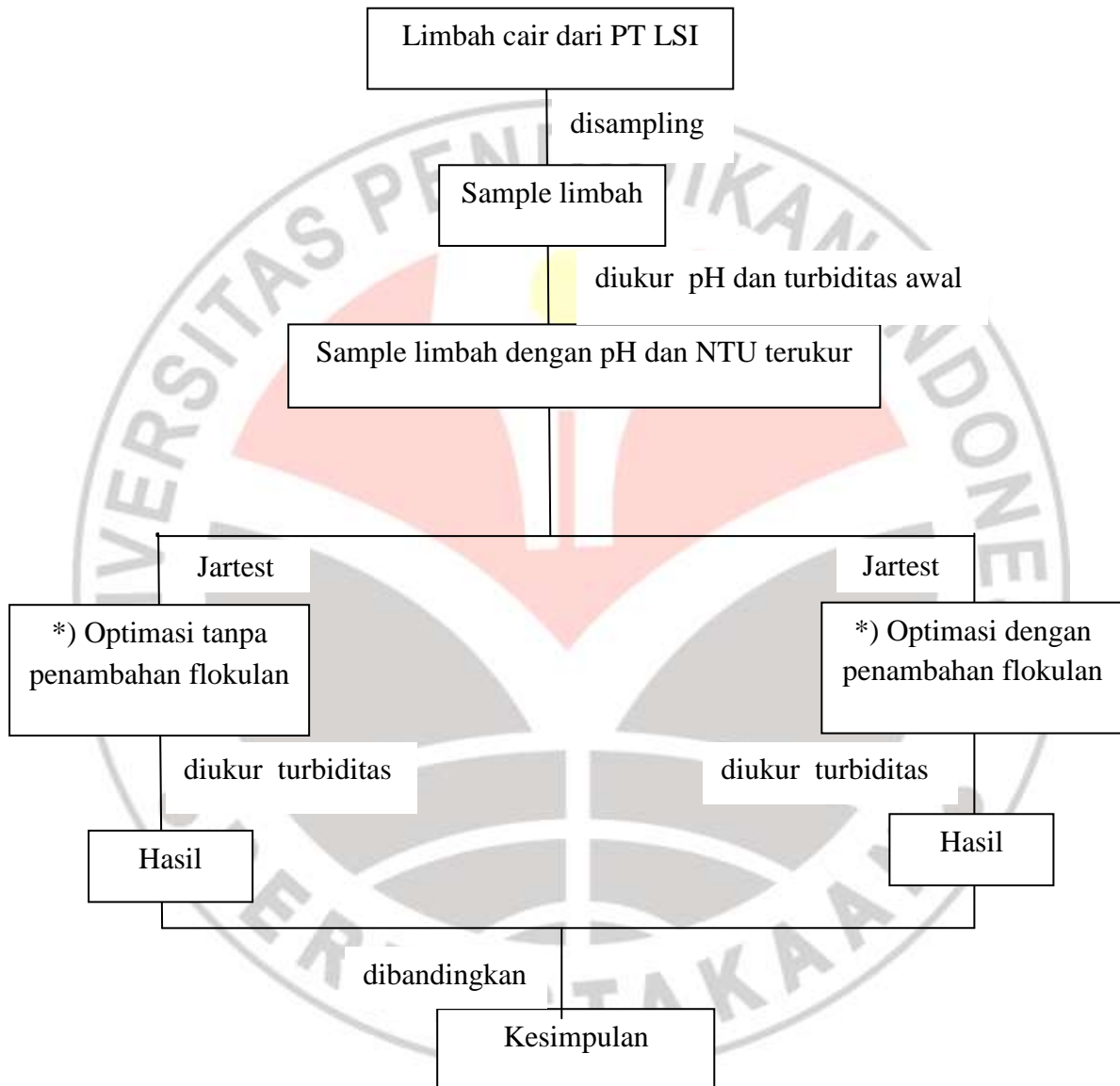


Gambar 3.2 Bagan Alir Tahap Karakterisasi GSHN

Iqbal Nurzamzani Ilyas, 2014

UJI KINERJA GSHN SEBAGAI BIOFLOKULAN DENGAN $FeCl_3$ SEBAGAI KOAGULAN PADA PENURUNAN TURBIDITAS LIMBAH CAIR INDUSTRI TEKSTIL PT. LSI DAN PENURUNAN KADAR LOGAM

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu



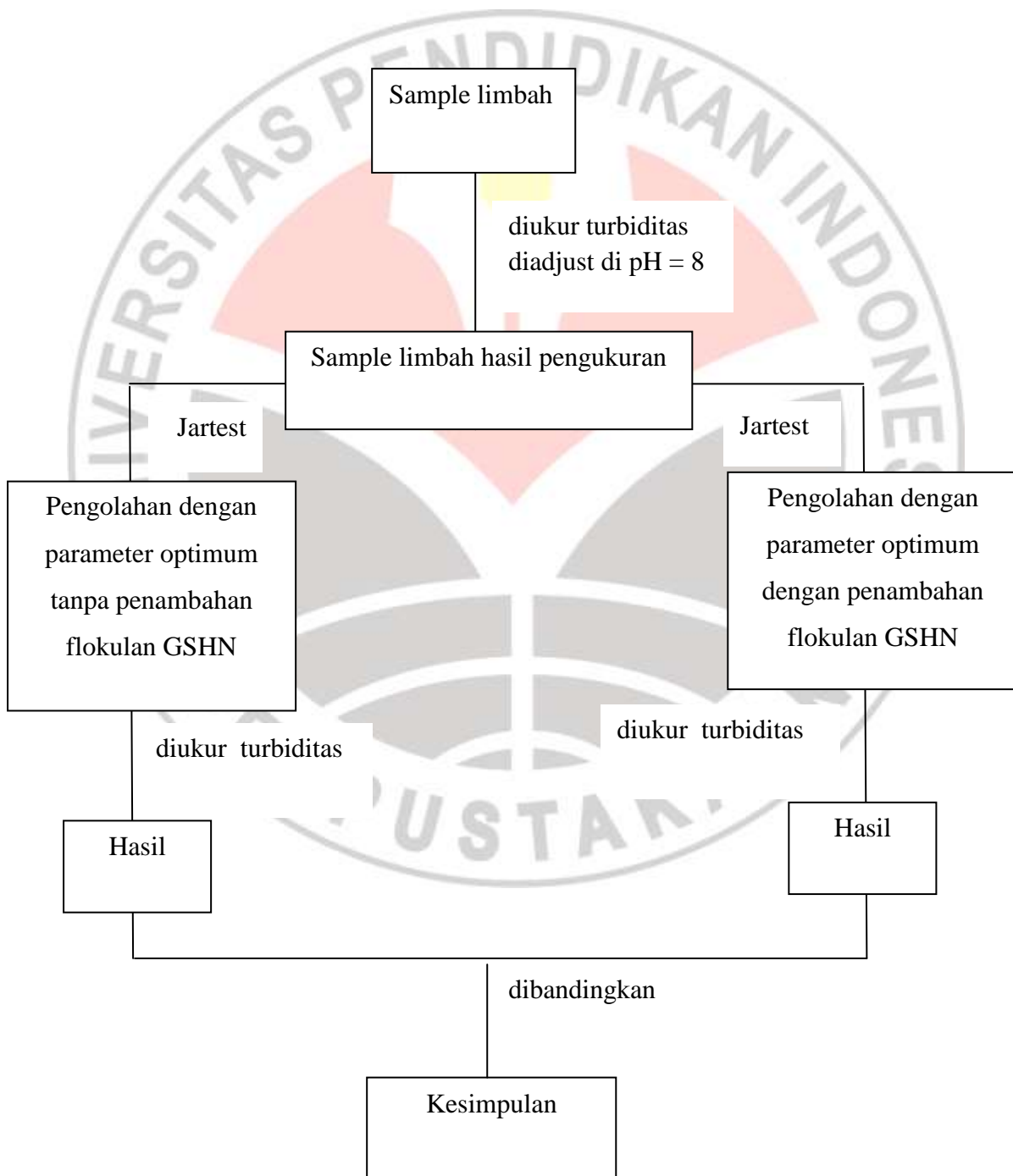
Gambar 3.3 Bagan Alir Tahap Optimasi Parameter Pengolahan Limbah

Keterangan : *) Parameter yang dioptimasi adalah pH, konsentrasi koagulan, konsentrasi flokulan dan waktu pengendapan

Iqbal Nurzamzani Ilyas, 2014

UJI KINERJA GSHN SEBAGAI BIOFLOKULAN DENGAN $FeCl_3$ SEBAGAI KOAGULAN PADA PENURUNAN TURBIDITAS LIMBAH CAIR INDUSTRI TEKSTIL PT. LSI DAN PENURUNAN KADAR LOGAM

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

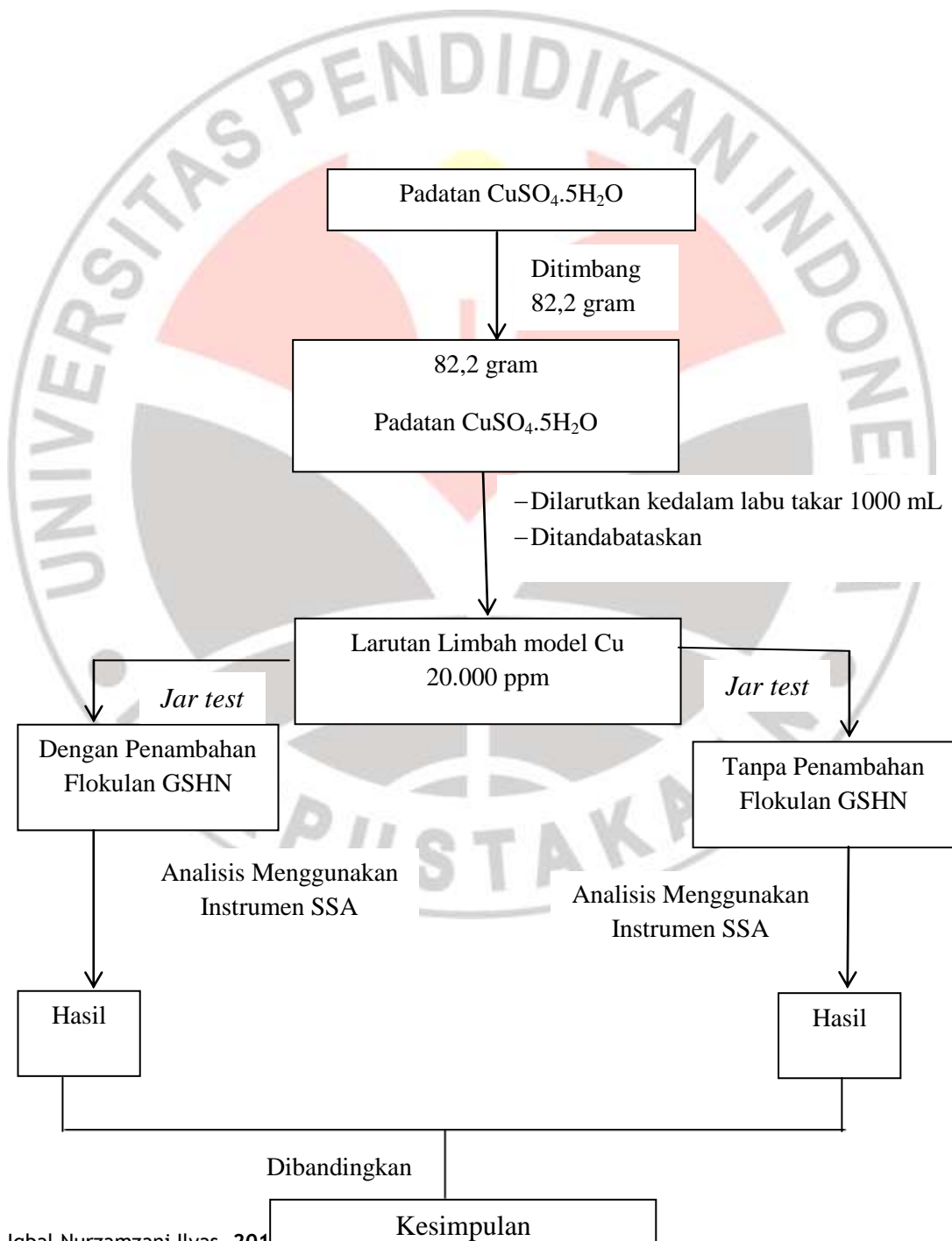


Iqbal Nurzamzani Ilyas, 2014

UJI KINERJA GSHN SEBAGAI BIOFLOKULAN DENGAN $FeCl_3$ SEBAGAI KOAGULAN PADA PENURUNAN TURBIDITAS LIMBAH CAIR INDUSTRI TEKSTIL PT. LSI DAN PENURUNAN KADAR LOGAM

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Gambar 3.4 Bagan Alir Tahap Aplikasi



Iqbal Nurzamzani Ilyas, 201

UJI KINERJA GSHN SEBAGAI BIOFLOKULAN DENGAN FeCl_3 SEBAGAI KOAGULAN PADA PENURUNAN TURBIDITAS LIMBAH CAIR INDUSTRI TEKSTIL PT. LSI DAN PENURUNAN KADAR LOGAM

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Gambar 3.5 Bagan Alir Uji Kadar Logam Cu

3.3.1 Tahap sampling

Pelepah pohon dipotong melintang lalu dibiarkan beberapa saat sampai permukaan pelepah pohon yang telah dipotong mengeluarkan getah. Ambil getahnya dan masukan kedalam wadah kemudian simpan pada suhu 6 – 10°C.

3.3.2 Tahap karakterisasi

Pada tahap karakterisasi ini dilakukan beberapa proses yaitu uji kelarutan, *freeze drying*, dan uji FTIR. prosedur dari tiap proses tersebut adalah :

3.3.2.1 Uji kelarutan

Siapkan 5 buah tabung reaksi yang masing-masing berisi n-heksana, aquades, NaOH, HCl, asam asetat sebanyak 10 mL. Masukan 0.5 gram sample GSHN pada tiap tabung lalu kocok selama \pm 30 detik dan amati kelarutannya.

3.3.2.2 *Freeze Drying*

Sample GSHN sebelum dimasukkan dalam *freeze dryer* telah dibekukan dalam refrigerator (lemari es) minimal semalam. Setelah membeku kemudian dimasukkan ke dalam alat, alat disetting sesuai dengan yang diinginkan.

3.3.2.3 FTIR

Sampel kering hasil *freeze drying* dicampurkan dengan KBr dan dibentuk menjadi pellet. Kemudian pellet tersebut dianalisis menggunakan FTIR.

3.3.3 Tahap optimasi

Iqbal Nurzamzani Ilyas, 2014

UJI KINERJA GSHN SEBAGAI BIOFLOKULAN DENGAN $FeCl_3$ SEBAGAI KOAGULAN PADA PENURUNAN TURBIDITAS LIMBAH CAIR INDUSTRI TEKSTIL PT. LSI DAN PENURUNAN KADAR LOGAM

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Pada tahap optimasi ini dirancang 3 buah tahapan optimasi untuk mencapai hasil akhir yang optimum. Sebelum melakukan rangkaian perlakuan optimasi, terlebih dahulu dibuat larutan-larutan yang mendukung perlakuan optimasi tersebut. Prosedur-prosedurnya adalah :

3.3.3.1 Pembuatan larutan

Larutan-larutan yang dibuat dalam kegiatan penelitian ini adalah HCl 0.1 N NaOH 0.1 N koagulan FeCl_3 5000 ppm dan flokulan GSHN 10.000 ppm

1. Larutan HCl 0.1 N. ditambahkan 8.3 mL larutan HCl pekat 12 M kedalam labu takar 1000 mL hingga tanda batas ($M_r \text{ HCl} = 36.5 \text{ g/mol}$)
2. Larutan NaOH 0.1 N. dilarutkan 4 gram padatan NaOH dengan aquades kemudian diencerkan kedalam labu takar 1000 mL hingga tanda batas ($M_r \text{ NaOH} = 40 \text{ g/mol}$)
3. Larutan Koagulan FeCl_3 5000 ppm. dilarutkan 1.25 gram padatan FeCl_3 dengan aquades kemudian diencerkan kedalam labu takar 250 mL hingga tanda batas.
4. Larutan sample 10000 ppm. dilarutkan 1.0 gram sample dengan aquades kemudian diencerkan kedalam labu takar 100 mL hingga tanda batas.

3.3.3.2 Optimasi Tahap Pertama

Pada optimasi tahap pertama ini, ada dua perlakuan optimasi yakni optimasi pH dan optimasi konsentrasi koagulan

3.3.3.2.1 Optimasi pH

Dilakukan dua perlakuan yang berbeda pada optimasi pH yaitu optimasi pH tanpa penambahan flokulan GSHN dan optimasi pH dengan penambahan flokulan GSHN

3.3.3.2.1.1 Tanpa Penambahan Flokulan

200 mL limbah tekstil dimasukkan kedalam 7 wadah gelas kimia. masing-masing pH limbah tekstil *diadjust* ke pH = 5.5; 6; 6.5; 7.0; 7.5; 8; 8.5; dan 9 dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. ditambahkan koagulan FeCl_3

dengan konsentrasi 80 ppm pada masing-masing wadah dan dalam keadaan pengadukan 120 rpm selama 10 menit. Diamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap selama 15 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya. pH optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil.

3.3.3.2.1.2 Dengan Penambahan Flokulan

200 mL limbah tekstil dimasukkan kedalam 7 wadah gelas kimia. masing-masing pH limbah tekstil *diadjust* ke pH = 5.5; 6; 6.5; 7.0; 7.5; 8 dan 8.5 dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. ditambahkan koagulan FeCl_3 dengan konsentrasi 80 ppm pada masing-masing wadah dan dalam keadaan pengadukan 120 rpm selama 10 menit. Kemudian masukkan flokulan GSHN 200 ppm dengan kecepatan pengadukan 40 rpm selama 10 menit. Diamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap selama 15 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya. pH optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil.

3.3.3.2.2 Optimasi Konsentrasi Koagulan

Pada optimasi ini dilakukan 2 perlakuan optimasi yaitu optimasi konsentrasi koagulan tanpa proses flokulasi dan optimasi konsentrasi koagulan dengan proses flokulasi. Prosedur kerja dari masing-masing perlakuan optimasi ini antara lain :

3.3.3.2.2.1 Tanpa Penambahan Flokulan

200 mL limbah tekstil dimasukkan kedalam 7 wadah gelas kimia. masing-masing pH limbah tekstil *diadjust* ke pH = 7 dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. koagulan koagulan FeCl_3 ditambahkan pada masing-masing wadah dengan berbagai variasi konsentrasi yaitu 500; 550; 600; 650; 700; 750; dan 800 ppm dengan kecepatan pengadukan 120 rpm selama 10 menit. Didiamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap selama 15 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya. konsentrasi koagulan optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil.

3.3.3.2.2 Dengan Penambahan Flokulan

200 mL limbah tekstil dimasukkan kedalam 7 wadah gelas kimia. masing-masing pH limbah tekstil *diadjust* ke pH = 7 dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. koagulan koagulan FeCl_3 ditambahkan pada masing-masing wadah dengan berbagai variasi konsentrasi yaitu 500; 550; 600; 650; 700; 750; dan 800 ppm dengan kecepatan pengadukan 120 rpm selama 10 menit. Kemudian masukkan flokulan GSHN dengan konsentrasi 200 ppm dengan kecepatan pengadukan 40 rpm selama 10 menit. didiamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap selama 15 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya. konsentrasi koagulan optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil

Setelah diperoleh pH optimum dan konsentrasi koagulan optimum, dilakukan kembali tahap optimasi pH dengan penambahan konsentrasi koagulan yang telah dioptimasi dan optimasi konsentrasi flokulan optimum.

3.3.3.3 Optimasi Tahap Kedua

Pada optimasi tahap kedua ini parameter yang dioptimasi adalah pH dan konsentrasi flokulan. Dimana pada optimasi pH dilakukan dua perlakuan yakni optimasi pH tanpa penambahan flokulan GSHN dan optimasi pH dengan penambahan flokulan GSHN

3.3.3.3.1 Optimasi pH

3.3.3.3.1.1 Tanpa Penambahan Flokulan

200 mL limbah tekstil dimasukkan kedalam 7 wadah gelas kimia. masing-masing pH limbah tekstil *diadjust* ke pH = 5.5; 6; 6.5; 7.0; 7.5; 8 dan 8.5 dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. ditambahkan koagulan FeCl_3 dengan konsentrasi 700 ppm pada masing-masing wadah dan dalam keadaan pengadukan 120 rpm selama 10 menit. Diamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap selama 15 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya. pH optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil.

Iqbal Nurzamzani Ilyas, 2014

UJI KINERJA GSHN SEBAGAI BIOFLOKULAN DENGAN FeCl_3 SEBAGAI KOAGULAN PADA PENURUNAN TURBIDITAS LIMBAH CAIR INDUSTRI TEKSTIL PT. LSI DAN PENURUNAN KADAR LOGAM

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

3.3.3.3.1.2 Dengan Penambahan Flokulan

200 mL limbah tekstil dimasukkan kedalam 7 wadah gelas kimia. masing-masing pH limbah tekstil *diadjust* ke pH = 5.5; 6; 6.5; 7.0; 7.5; 8; 8.5; dan 9 dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. ditambahkan koagulan FeCl₃ dengan konsentrasi 80 ppm pada masing-masing wadah dan dalam keadaan pengadukan 120 rpm selama 10 menit. Kemudian masukkan flokulan GSHN 200 ppm dengan kecepatan pengadukan 40 rpm selama 10 menit. Diamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap selama 15 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya. pH optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil

3.3.3.3.2 Optimasi Konsentrasi Flokulan

200 mL limbah tekstil dimasukkan kedalam 7 buah gelas kimia. *adjust* pH limbah tekstil pada pH = 8, dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. Tambahkan koagulan larutan Alum 700 ppm pada masing-masing wadah dengan kecepatan pengadukan 120 rpm selama 10 menit. Kemudian masukkan flokulan GSHN pada berbagai variasi konsentrasi yaitu 200; 400; 600; 800; 1000; 1200; 1400 ppm dengan kecepatan pengadukan 40 rpm selama 10 menit. Diamkan hingga flok-flok yang telah terbentuk mengendap selama 15 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya. konsentrasi flokulan optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil

3.3.3.4 Optimasi Tahap Ketiga

3.3.3.4.1 Optimasi Waktu Sedimentasi

Dilakukan dua perlakuan berbeda pada optimasi ini yaitu optimasi waktu sedimentasi tanpa penambahan flokulan GSHN dan dengan penambahan flokulan GSHN

3.3.3.4.1.1 Tanpa Penambahan Flokulan

200 mL limbah tekstil dimasukkan ke dalam 12 buah gelas kimia . pH limbah tekstil *diadjust* pada pH = 8 dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. Tambahkan koagulan FeCl₃ dengan konsentrasi 700 ppm, pada masing-masing

Iqbal Nurzamzani Ilyas, 2014

UJI KINERJA GSHN SEBAGAI BIOFLOKULAN DENGAN FeCl₃ SEBAGAI KOAGULAN PADA PENURUNAN TURBIDITAS LIMBAH CAIR INDUSTRI TEKSTIL PT. LSI DAN PENURUNAN KADAR LOGAM

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

wadah dengan kecepatan pengadukan 120 rpm selama 10 menit. didiamkan hingga agregat yang terbentuk mengendap dengan variasi waktu 5; 10; 15; 20; 25; 30; 35; 40; 45; 50; 55; 60 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya. waktu pengendapan optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil.

3.3.3.4.2 Dengan Penambahan Flokulan

200 mL limbah tekstil dimasukan kedalam 12 buah gelas kimia . pH limbah tekstil diadjust pada pH = 8 dengan penambahan larutan HCl atau NaOH. Tambahkan koagulan $FeCl_3$ dengan konsentrasi 700 ppm, pada masing-masing wadah dengan kecepatan pengadukan 120 rpm selama 10 menit. ditambahkan flokulan GSHN konsentrasi 1000 ppm dengan kecepatan pengadukan 40 rpm selama 10 menit. didiamkan hingga agregat yang terbentuk mengendap dengan variasi waktu 5; 10; 15; 20; 25; 30; 35; 40; 45; 50; 55; 60 menit. Filtrat pada masing-masing limbah hasil treatment didekantasi dan diukur nilai turbiditasnya. waktu pengendapan optimum ditentukan dengan melihat nilai turbiditas terkecil.

3.3.3.5 Tahap Aplikasi

Pada tahap aplikasi ini dilakukan dua perlakuan yaitu aplikasi tanpa penambahan bioflokulan GSHN dan aplikasi dengan penambahan GSHN menggunakan parameter-parameter optimum hasil optimasi.

3.3.3.5.1 Tanpa Penambahan Bioflokulan GSHN

Pada tahap ini, dilakukan pengolahan limbah cair tekstil tanpa proses flokulasi dengan menggunakan parameter-parameter optimum hasil dari proses optimasi. Volume limbah yang digunakan sebanyak 1 liter. Sebelum pengolahan dilakukan pengkondisian pH sesuai dengan pH optimum dan dilakukan pengukuran turbiditas awal.

3.3.3.5.2 Dengan Penambahan Bioflokulan GSHN

Pada tahap ini, dilakukan pengolahan limbah cair tekstil dengan proses koagulasi dan flokulasi dengan menggunakan parameter-parameter yang telah dioptimasi pada tahap optimasi. Volume limbah yang digunakan sebanyak 1 liter. Sebelum pengolahan dilakukan pengkondisian pH sesuai dengan pH optimum dan dilakukan pengukuran turbiditas awal.

3.3.3.6 Uji Kadar Logam Cu

Pada uji kadar logam Cu ini digunakan larutan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan melarutkan 82,2 gram $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ untuk mendapatkan konsentrasi Cu 20.000 ppm. Lalu dilakukan jar test terhadap larutan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ tersebut dengan dua perlakuan pengolahan yaitu dengan penambahan flokulan GSHN dan tanpa penambahan flokulan GSHN dengan parameter-parameter optimum. Masing-masing dari perlakuan tersebut dianalisis kadar logam Cu nya menggunakan instrument spektroskopi serapan atom dan kemudian dibandingkan hasilnya