

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Kerja Penelitian

Pada penelitian ini dari proses karbonisasi sekam padi, elektrokoagulasi, adsorpsi, analisis FT-IR, analisis SEM, dan Analisis Spktrofotometer UV-Vis dilakukan di Laboratorium Biomassa FMIPA Universitas Lampung. Penurunan nilai BOD dan COD dilakukan di Balai Riset dan Standarisasi Industri Bandar Lampung.

Karakterisasi struktur fasa dilakukan di Laboratorium Instrumen UGM

Yogyakarta. Penelitian ini dilakukan dari bulan Juli hingga bulan September 2012.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah perangkat elektrokoagulator, Spektrofotometer UV-Vis Varian Carry 50, reaktor pembakar (*pirolisis*), Spektrofotometer FT-IR Varian Scimitar 2000, *X-Ray Diffractometer* (XRD) Merk PANalitycal X'Pert PRO, Spektrofotometer hash, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) ZEISS EVO/MA10-14-37, statip, timbangan, ember, pipa dan alat-alat gelas laboratorium.

Perangkat elektrokoagulator yang digunakan terbuat dari kaca transparan sehingga berlangsungnya proses elektrokoagulasi dapat diamati secara visual, dengan kapasitas sebanyak 5 liter dan menggunakan elektroda alumunium (Al).

Elektrokoagulator ini dilengkapi dengan *flowmeter* untuk mrngukur waktu kontak sampel dengan elektroda sehingga percobaan dapat dilakukan dengan sistem mengalir. Alat juga dihubungkan dengan *power supply* untuk mengatur besarnya potensial yang digunakan dalam proses elektrokoagulasi.

2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel limbah cair dari hotel yang diambil dari hotel Bandara di daerah Natar Lampung Selatan, sekam padi, akuades dan logam alumunium sebagai elektroda.

C. Persiapan

1. Persiapan elektroda

Elektroda yang digunakan pada proses elektrokoagulasi adalah Alumunium (Al). Elektroda tersebut diampas, dicuci dengan akuades, dikeringkan lalu elektroda dipasang secara paralel pada elektrokoagulator dan dihubungkan dengan *power supply*.

2. Persiapan adsorben

Sekam padi direndam selama sehari untuk melarutkan bahan organik yang larut air sehingga bahan ini tidak menjadi pengotor dalam proses pembuatan karbosil. Sekam padi selanjutnya disaring dan dicuci berulang untuk menghilangkan sisa bahan larut air yang kemungkinan masih menempel pada permukaan sekam padi. Sekam padi yang telah terbebas dari semua bahan organik yang terlarut dalam air

kemudian dikeringanginkan dan siap digunakan untuk pembuatan karbosil. Kemudian sebanyak 500 gram sekam padi yang siap digunakan dimasukkan ke dalam reaktor pembakar untuk proses pengarangan pada suhu 400°C selama 3 jam. Setelah itu, arang karbosil ini digiling, dihaluskan dan siap digunakan sebagai adsorben.

3. Pengambilan sampel

Sampel limbah cair hotel diambil langsung dari hotel Bandara Natar yang berada di Lampung Selatan. Limbah yang diambil merupakan limbah segar yang ditampung sebelumnya menggunakan bak penampung.

Sebelum dilakukan elektrokoagulasi, limbah tersebut disaring terlebih dahulu, agar limbah padat terpisah dari limbah cairnya, sehingga diperoleh sampel limbah cair yang terbebas dari kotoran-kotoran yang terdapat dalam limbah. Kemudian limbah digabungkan ke dalam satu tempat.

D. Percobaan

Secara garis besar penelitian ini mencakup dua metode yaitu metode elektrokoagulasi dan metode adsorpsi. Untuk metode elektrokoagulasi digunakan variasi potensial sedangkan untuk adsorpsi menggunakan variasi waktu kontak. Tujuan dilakukannya variasi potensial dan waktu kontak adalah untuk melihat efektifitas proses elektrokoagulasi dan adsorpsi terhadap limbah cair hotel. Sebelum dilakukan percobaan, sampel ini diukur nilai BOD, COD dan Uv-VIS.

1. Proses elektrokoagulasi

Percobaan ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh potensial terhadap efektifitas proses elektrokoagulasi yang berlangsung, serta menentukan potensial optimumnya. Oleh karena itu, pada percobaan ini digunakan variasi potensial 4, 6, 8 dan 10 volt dengan waktu kontak tetap yakni 60 menit (Wasinton dkk., 2007). Untuk menentukan potensial optimumnya, dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Setelah itu hasil potensial optimum dilakukan pengukuran nilai BOD dan COD.

2. Proses adsorpsi

Metode ini dilakukan dengan sistem mengalir yaitu limbah cair yang telah dielektrokoagulasi dimasukan ke dalam ember yang dihubungkan ke dalam pipa yang telah diisi oleh karbosil halus. Sehingga air mengalir ke dalam pipa dan terjadi proses adsorpsi. Air yang telah diadsorpsi ini mengalir ke ember selanjutnya.

Pada percobaan adsorpsi ini dilakukan variasi waktu kontak yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu kontak terhadap efektifitas proses adsorpsi yang berlangsung serta menentukan waktu kontak optimumnya. Variasi waktu yang digunakan adalah 5, 10 dan 15 menit, dan diukur konsentrasi partikulatnya menggunakan spektrofotometr UV-Vis. Hasil adsorpsi dengan waktu optimum diukur penurunan nilai BOD dan COD yang terjadi. Prosedur semua penelitian secara singkat dapat dilihat melalui diagram alir yang terdapat pada Lampiran 1.

E. Analisis Sampel

Kualitas limbah ditentukan untuk sampel sebelum dilakukan perlakuan, sesudah dielektrokoagulasi dan sesudah diadsorpsi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, dan penurunan nilai BOD dan COD.

1. Karakterisasi UV-Vis

Percobaan ini dilakukan untuk mendapatkan kondisi optimum yaitu kondisi dimana absorbansi yang diperoleh dari proses elektrokoagulasi dan adsorpsi ini kecil (rendah). Pengukuran absorbansi sampel dilakukan untuk sampel dengan pemindaian pada panjang gelombang 200-700 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

2. Penentuan *chemical oxygen demand (COD)*

Pada Penelitian ini penentuan COD dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer Hach, 2 mL sampel dimasukkan ke dalam tabung reaksi, dan ditambahkan dengan 2ml reagen khusus. Reagen khusus ini terbagi menjadi 3 bagian yaitu; *low range reagent*, *high range reagent*, dan *high range plus reagent*. Dalam penelitian ini digunakan *high range reagent* karena limbah hotel termasuk limbah yang memiliki senyawa organik yang cukup tinggi. Setelah sampel ditambahkan dengan reagen kemudian dipanaskan selama 2 jam pada penangas, dan didinginkan pada suhu kamar dan diukur nilai COD menggunakan Spektrofotometer Hach. Cara menggunakan Spektrofotometer Hach adalah Hidupkan spektropotometer, masukan nomor program untuk COD *High Range* tekan 435 tekan enter. Pada layar akan terbaca DIAL nm to 620. Putar panjang

gelombang sampai pada layar terbaca 260 nm. Apabila panjang gelombang sudah tepat pada layar akan terbaca *zero sample*. Masukkan blanko yang berupa akuabides atau akuademin, kemudian tekan zero. Setelah itu masukan sampel yang akan diukur dan akan terbaca berapa nilai BOD sampel dengan satuan mg/L.

3. Penentuan *biological oxygen demand (BOD)*

Untuk penentuan BOD, sampel diencerkan terlebih dahulu kemudian diukur DO-nya menggunakan DO meter yang dianggap sebagai DO_0 . Kemudian sampel dimasukkan ke dalam botol berwarna gelap dan diinkubasi di tempat gelap selama 5 hari pada suhu 20°C , setelah 5 hari diukur kembali DO_5 menggunakan DO meter. Konsentrasi BOD dapat ditentukan menggunakan persamaan berikut :

$$\text{BOD (mg/L)} = (D_0 - D_5) \times P$$

Keterangan:

D_0 = Nilai oksigen terlarut sampel sebelum diinkubasi (mg/L)

D_5 = Nilai oksigen terlarut sampel setelah diinkubasi selama 5 hari (mg/L)

P = Faktor pengenceran

F. Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan pada karbosil sebelum dan sesudah digunakan sebagai adsorben. Sebelum digunakan sebagai adsorben, karbosil dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD dan SEM dan setelah dipakai sebagai adsorben dikarakterisasi menggunakan FTIR dan SEM.

1. Karakterisasi menggunakan FTIR

Karakterisasi gugus fungsi dilakukan pada sekam padi dan karbosil. Tahapan analisisnya yakni sebagai berikut 0,1 gram KBr padat dihaluskan kemudian dibuat

bentuk *pellet* dan digunakan sebagai blangko. Selanjutnya sekam padi maupun karbosil ditambahkan KBr dan digerus kemudian dibentuk *pellet*. *Pellet* sampel dalam KBr selanjutnya dimasukkan ke dalam wadah sampel dan dianalisis. Hasil analisis menggunakan FTIR diperoleh dalam bentuk spektrum hubungan antara % transmittan terhadap bilangan gelombang.

2. Karakterisasi menggunakan XRD

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur fasa karbosil sebelum uji adsorpsi. Adapun langkah-langkah yang dilakukan dalam analisis XRD yakni karbosil disiapkan dan direkatkan pada kaca, kemudian dipasang pada tempatnya berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sample holder*) dengan bantuan malam (lilin perekat). Selanjutnya karbosil dipasang pada *sample holder* kemudian dilekatkan pada sampel stand dibagian *goniometer*. Parameter pengukuran dimasukkan pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, selanjutnya memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut data. Alat difraktometer dioperasikan dengan perintah “*Start*” pada menu komputer, dimana sinar-X meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å. Hasil difraksi dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin printer.

3. Karakterisasi menggunakan SEM

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui struktur mikro dan komposisi kimia pada karbosil sebelum dan sesudah adsorpsi menggunakan sampel air laut. Adapun langkah-langkah dalam analisis menggunakan SEM yakni sebelum

menghidupkan alat SEM, terlebih dahulu menghidupkan mesin pendingin *chiller*. Jika kevakuman telah dicapai yaitu lampu V1 & V3 menyala, menunjukkan alat SEM siap digunakan. Selanjutnya menentukan tegangan (*accelerating voltage*) SEM yang digunakan. Tegangan ditentukan dengan perkiraan 1,5 – 3 kali energi dispersi unsur/elemen yang terkandung dalam sampel. Selanjutnya karbosil yang telah dipersiapkan dan sudah ditempel pada dudukan sampel (*stub*) kemudian divakum. Setelah kevakuman dicapai (lampu V1 & V3 menyala), langkah selanjutnya menyalakan tombol tegangan, *detector*, mengatur posisi kemiringan karbosil, mengatur posisi karbosil yang diamati dan perbesaran yang dikehendaki. Kemudian mengatur ketajaman (*focus*) dan penyinarannya (*contrast & brightness*) dan dilakukan proses pengambilan gambar (pemotretan).