

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Brawijaya, Malang, pada bulan September sampai bulan Desember 2017.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, hot plate, shaker, oven, magnetic stirrer, syringe pump, sonikator Branson 2210, tanur *furnance 6000 Branstead Thermolyne*, neraca analitik *Mettler PE 300*, mortar dan penggerus porselen

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah cair batik, zeolit alam, TiO_2 p.a (*Merck*), urea p.a, HCl teknis 32%, etanol 96%, asam asetat 36%, kitosan (*pharmacy grade*), NaOH, HgSO_4 p.a (*Merck*), H_2SO_4 98,08% (*Smart Lab*), $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ p.a (*Merck*), ammonium besi sulfat (*Merck*), indikator ferroin (*Merck*) dan aquades.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahap-tahap penelitian ini yaitu:

1. Preparasi dan aktivasi zeolit alam.
2. Sintesis fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$
3. Impregnasi TiO_2 dan $\text{TiO}_2\text{-N}$ pada zeolit.
4. Sintesis granul $\text{TiO}_2\text{-Zeolit/Kitosan}$ dan $\text{TiO}_2\text{-N-Zeolit/Kitosan}$.
5. Uji fotodegradasi pada limbah batik.
 - a) Pengaruh rasio TiO_2 dan $\text{TiO}_2\text{-N}$ yang terimpregnasi pada zeolit.
 - b) Pengaruh lama penyinaran.
6. Analisa COD limbah sebelum dan setelah penyinaran.
7. Analisa data

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit alam dihaluskan menggunakan mortar dan penggerus porselin kemudian diayak dengan menggunakan ayakan 150 mesh. Zeolit yang lolos dalam ayakan tersebut kemudian diayak kembali menggunakan ayakan berukuran 200 mesh. Setiap 50 gram zeolit alam yang lolos dari ayakan 200 mesh dicuci dengan menggunakan 250 mL akuades dalam erlenmeyer 250 mL dengan diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet selama 15 menit. Suspensi disaring dengan menggunakan kertas saring dan endapan yang diperoleh dikeringkan dengan menggunakan oven hingga kering pada suhu $\pm 110^{\circ}\text{C}$.

Zeolit yang telah dicuci sebanyak ± 96 gram dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, masing-masing sebanyak 16 g ditambahkan dengan 150 mL HCl 0,4 M. Erlenmeyer ditutup dengan aluminium foil kemudian di shaker selama 4 jam dengan kecepatan 115 rpm. Zeolit disaring dan dicuci menggunakan akuades hingga filtrat bebas dari ion Cl^- . Uji filtrat bebas ion Cl^- dilakukan dengan mendeteksi pH filtrat hingga sama dengan pH akuades. Zeolit yang telah bebas dari ion Cl^- dikeringkan dalam oven hingga kering, kemudian dilakukan kalsinasi pada suhu 500°C selama 5 jam. Hasil zeolit teraktivasi selanjutnya ditimbang.

3.4.2 Sintesis Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$

Sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$ dilakukan dengan cara menggunakan perbandingan massa $\text{TiO}_2\text{:Urea}$ (10:1 b/b) yaitu dengan cara mencampurkan 2,4 g TiO_2 dengan 0,24 g urea dan 5 mL akuademineralisasi dalam erlenmeyer. Suspensi kemudian disonikasi selama 30 menit dan selanjutnya dipanaskan di atas pemanas *hot plate* hingga akuademineralisasi menguap. Suspensi kemudian dipindahkan ke dalam oven pada suhu 110°C hingga kering dan dikalsinasi pada temperatur 300°C selama 2 jam. Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ selanjutnya diimpregnasikan pada zeolit yang telah diaktivasi.

3.4.3 Impregnasi TiO_2 dan $\text{TiO}_2\text{-N}$ pada Zeolit

Sintesis TiO_2 dan $\text{TiO}_2\text{-N}$ yang diimpregnasi pada zeolit dilakukan dengan menggunakan 4 variasi massa TiO_2 maupun $\text{TiO}_2\text{-N}$ yang digunakan yaitu 0,9; 1,2; 1,5 dan 1,8 g yang masing-masing

dicampurkan dengan 3 g zeolit teraktivasi. Campuran yang diperoleh ditambah dengan 10 mL etanol 96% dalam gelas beaker 50 mL yang kemudian diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet selama 5 jam. TiO_2 -zeolit dan TiO_2 -N/zeolit yang terbentuk kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 120°C hingga kering dan kemudian dikalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam. Fotokatalis TiO_2 dan TiO_2 -N yang telah terimpregnasi pada zeolit selanjutnya disintesis menjadi granul.

3.4.4 Sintesis Granul TiO_2 -Zeolit/Kitosan dan TiO_2 -N-Zeolit/Kitosan

Sintesis granul TiO_2 -zeolit/kitosan dan TiO_2 -N-zeolit/kitosan dilakukan dengan cara menambahkan kitosan. Kitosan sebanyak 0,25 g dicampurkan dengan asam asetat 1% sebanyak 9 mL pada gelas kimia 50 mL, kemudian diaduk selama 30 menit menggunakan pengaduk magnet. Kemudian ditambahkan TiO_2 -zeolit atau TiO_2 -N-zeolit hasil preparasi sebanyak 2,5 g, kemudian dilakukan pengadukan kembali selama 30 menit. Suspensi yang diperoleh dimasukkan ke dalam pompa jarum suntik dan diteteskan ke dalam gelas kimia berisi NaOH 0,4 M, kemudian dibilas dengan akuades hingga pH netral dan dikeringkan dalam oven hingga kering. Granul yang diperoleh selanjutnya digunakan untuk mendegradasi limbah batik.

3.4.5 Uji Fotodegradasi pada Limbah Batik

3.4.5.1 Uji pengaruh Rasio TiO_2 dan TiO_2 -N yang Terimpregnasi pada Zeolit

Uji fotodegradasi limbah batik dilakukan dengan menggunakan limbah batik yang berasal dari rumah produksi Batik Blimbing Malang. Limbah batik disaring menggunakan kertas saring. Sebanyak 150 mg fotokatalis baik TiO_2 -zeolit/kitosan maupun TiO_2 -N-zeolit/kitosan pada bermacam rasio yaitu 0,3; 0,4; 0,5 dan 0,6 g/g zeolit dan dimasukkan ke dalam gelas, kemudian ditambahkan 20 mL limbah cair batik ke dalam gelas. Limbah yang telah terdapat fotokatalis di dalamnya kemudian disinari dengan penyinaran sinar matahari pada pukul 9.30-14.30 WIB dan sinar UV dengan panjang gelombang 352 nm selama 5 jam. Limbah batik sebelum dan setelah dilakukan penyinaran selanjutnya dilakukan analisa COD untuk mengetahui kemampuan fotokatalis untuk mendegradasi limbah batik.

Rasio optimum pada fotokatalis selanjutnya digunakan untuk uji pengaruh lama penyinaran.

3.4.5.2 Uji Pengaruh Lama Penyinaran

Uji pengaruh lama penyinaran dilakukan dengan menggunakan fotokatalis TiO_2 -zeolit/kitosan dan TiO_2 -N-zeolit/kitosan pada rasio yang optimum untuk mendegradasi limbah batik. Limbah batik yang telah disaring sebanyak 20 mL ditambah dengan fotokatalis TiO_2 -zeolit/kitosan dan TiO_2 -N-zeolit/kitosan sebanyak 150 mg dilakukan penyinaran dengan variasi waktu 2, 4, 6 dan 8 jam. Penyinaran dilakukan menggunakan sinar matahari dan UV dengan panjang gelombang 352 nm yang dimulai pada pukul 08.00-16.00 WIB. Selama 2 jam sekali, limbah batik yang telah dilakukan penyinaran diambil dan dilakukan analisa COD.

3.4.6 Analisa COD Limbah Batik

Limbah cair batik dilakukan analisa COD sebelum dan setelah penyinaran untuk mengetahui penurunan nilai COD. Limbah cair batik diencerkan 10 kali kemudian diambil sebanyak 25 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer mulut asa. Larutan kemudian ditambah 0,5 g HgSO_4 dan ditambah 5 mL H_2SO_4 pekat dan akan timbul reaksi eksoterm sehingga panas, kemudian larutan didinginkan. Setelah dingin, larutan ditambah $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ sebanyak 25 mL dan dimasukkan batu didih. Erlenmeyer yang berisi larutan tersebut dirangkai dalam alat refluks dan air kondensor dialirkan. Kemudian larutan dalam erlenmeyer ditambahkan dengan H_2SO_4 pekat sebanyak 32,5 mL melalui kondensor. Larutan kemudian direfluks selama 1 jam pada temperatur 265°C . Larutan hasil refluks ditunggu hingga dingin dan dilanjutkan dengan menambahkan 5 tetes indikator Ferroin. Larutan kemudian dititrasi dengan larutan FAS dan dititrasi hingga terjadi perubahan warna dari hijau menjadi kemerahan yang menandakan titik akhir titrasi telah tercapai. Volume titrasi yang dibutuhkan kemudian dicatat untuk perhitungan nilai COD.

3.4.7 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan XRD

Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan XRD untuk mengetahui kristalinitas TiO_2 , TiO_2 -N, TiO_2 -zeolit dan TiO_2 -N-zeolit. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan fotokatalis yang

terimpregnasi zeolit dengan menggunakan 0,5 g serbuk TiO₂, TiO₂-N, TiO₂-zeolit dan TiO₂-N-zeolit.

3.4.8 Analisa Data Penentuan Persentase Degradasi Limbah Batik (%)

Persentase limbah batik yang terdegradasi ditentukan melalui persamaan:

$$Degradasi (\%) = \frac{C_0 - C_1}{C_0} \times 100\% \quad (3.1)$$

Keterangan:

C₀ = Nilai COD sebelum penyinaran

C₁ = Nilai COD setelah penyinaran