

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian akan dilaksanakan pada jangka waktu 5 bulan (Januari-Februari dan Juli-September 2020). Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Unit Metalurgi PT Timah TBK Muntok dan laboratorium Kimia Fakultas Pertanian, Perikanan dan Biologi Universitas Bangka Belitung. Analisis COD, BOD dan TSS di Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Bangka Belitung. Analisis UV-Vis di Laboratorium Dinas Kesehatan Provinsi Kepulauan Bangka Belitung. Analisis XRD di laboratorium Kimia Universitas Negeri Padang dan analisis FTIR di Laboratorium PT. Glabs Utama Indonesia.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

*Magnetic stirrer*, Neraca analitik, *Stirring hot plate*, gelas kimia 100, 250, dan 500 ml, Pipet volumetri, Pipet tetes, Termometer, Spatula, Reaktor fotokatalis dengan 2 lampu UV, Gelas ukur, Spatula, kertas pH, Labu Ukur, batang pengaduk, oven, furnace, *wet magnetic separator*, *discmill*, Spektrofotometri UV-Vis (Agilent Carry 60), *X-Ray Fluorescence (XRF) (Panalytical type AXIOS)*, *X-Ray Diffractometer XRD pattern Rigaku Minifex 600 D/teX ultra ID* dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR) Bruker Alpha with Znse beam Splitter*.

##### **3.2.2 Bahan**

Akuades, Asam Nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), HCl 37 % Teknis, Ilmenit Bangka, kertas saring *whattman*, limbah batik cual, Zat warna *Remazol Brilliant Blue*.

#### **3.3 Cara Kerja**

##### **3.3.1 Pemisahan *Wet Magnetic Separator* dan Penghalusan dengan *Discmill***

Ilmenit dipisahkan dengan menggunakan *wet magnetic separator*. Kemudian dihaluskan dengan *discmill*  $\leq 200$  mesh, sehingga diperoleh ilmenit dalam bentuk yang lebih halus. Ilmenit dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui kandungan awal yang terdapat pada sampel.

### 3.3.2 Leaching dengan Asam Klorida (HCl)

Sampel ilmenit kemudian *dileaching* (pencucian) menggunakan HCl 37% selama 5 jam dimana perbandingan antara padatan dan cairannya sebesar 1 : 4 dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam dengan laju 200 rpm. Endapan yang diperoleh kemudian disaring dan dicuci menggunakan akuades untuk menghilangkan sisa asam yang terdapat pada sampel. Selanjutnya sampel dikeringkan pada suhu 100 °C. Sampel yang telah kering kemudian dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluoresence* (XRF) (Solihin dkk, 2012, Oediyani dkk, 2014, & Indrawati dkk, 2014).

### 3.3.3 Kalsinasi Ilmenit

Sampel ilmenit dimasukkan ke dalam *furnace* dan dipanaskan dengan variasi suhu; 600 °C, 700 °C, 800 °C selama 5 jam (Setiawan, 2012). Kemudian sampel yang optimal dari hasil karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) kemudian dianalisis menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR).

### 3.3.4 Pengambilan dan Preparasi Sampel Limbah Cair

Limbah cair batik diambil dari *home industry* batik cual di Selindung, Pangkalpinang, Bangka Belitung. Limbah cair disaring dengan kertas saring untuk menghilangkan padatan yang dapat mengganggu analisis. Filtrat yang didapatkan dimasukkan ke dalam gelas beaker.

### 3.3.5 Spektrofotometer UV-vis

#### A. Pembuatan Larutan Induk Zat Warna *Remazol Brilliant Blue*

Pembuatan larutan induk zat warna *Remazol Brilliant Blue* dengan menimbang 0,1 gram zat warna yang dilarutkan menggunakan akuades dan ditempatkan dalam labu ukur 100 ml. Sehingga diperoleh larutan zat warna *Remazol Brilliant Blue* dengan konsentrasi 1000 ppm. Kemudian sebanyak 2 ml diukur absorbansinya pada variasi panjang gelombang 200-700 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum larutan zat warna *Remazol Brilliant Blue*.

### B. Pembuatan Kurva Standar Untuk Spektrofotometer UV-Vis

Larutan *Remazol Brilliant Blue* dengan variasi 0,5,10,15,20, dan 25 ppm (mengencerkan larutan induk) sebanyak 2 ml diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

#### 3.3.6 Uji Aktivitas Fotokatalis

25 ml limbah batik cual ditambah 0,5 gram katalis  $\text{TiO}_2$  ditambahkan buffer asam dan diradiasi dengan sinar UV dan sinar matahari. Suspensi yang terbentuk disaring dengan kertas saring *whattman 41* (Preveen, 2013, Dwiasi & Setyaningtyas, 2014). Filtrat dianalisis absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum dengan mengukur absorbansi terdegradasi yang akan ditentukan konsentrasinya, lalu setelah itu nilai absorbansinya dimasukkan pada grafik standar, sehingga konsentrasi terdegradasi dapat dihitung dengan Hukum *Lambert-Beer*.

Variasi kondisi sebagai berikut :

**Tabel 3.3** Variasi Kondisi Uji Aktivitas Fotokatalis

<b>Kontrol Waktu Kontak</b>	<b>Penyinaran Lampu UV</b>	<b>Penyinaran Sinar Matahari</b>
30 Menit	Limbah batik cual + katalis $\text{TiO}_2$	Limbah batik cual + katalis $\text{TiO}_2$
60 Menit	Limbah batik cual + katalis $\text{TiO}_2$	Limbah batik cual + katalis $\text{TiO}_2$
90 Menit	Limbah batik cual + katalis $\text{TiO}_2$	Limbah batik cual + katalis $\text{TiO}_2$