

PENGOLAHAN AIR LIMBAH LABORATORIUM MENGGUNAKAN METODE AOPs (ADVANCED OXIDATION PROCESSES) DENGAN PEREAKSI FENTON(H₂O₂ dan FeSO₄) PADA SKALA BATCH

Gede H. Cahyana, Dudy Permadi
Universitas Kebangsaan
e-mail: ghcahyana@gmail.com

ABSTRAK

Air limbah laboratorium berasal dari aktivitas uji di laboratorium dan bersifat limbah berbahaya dan beracun. Air limbah ini berbeda dengan air limbah berbahaya dan beracun dari industri karena terdiri atas banyak ragam polutan. Komposisinya yang variatif dan berbahaya ini menyebabkan sulit diolah dengan pengolahan biologi. Oleh sebab itu, dicoba pengolahan kimia, yaitu *Advanced Oxidation Processes* (AOPs) atau Proses Oksidasi Lanjut. Penelitian ini bertujuan mendapatkan dosis optimum pereaksi Fenton (H₂O₂ dan FeSO₄) dalam menurunkan *Chemical Oxygen Demand* (COD). Diterapkan tiga variasi konsentrasi COD: 10.090,09 mg/L, 5.009,01 mg/L dan 511,71 mg/L dengan variasi rasio pereaksi. Diperoleh dosis optimum pereaksi Fenton 1 : 300 dengan efisiensi penurunan COD sebagai berikut: konsentrasi COD 10.090,09 mg/L = 21,43%, konsentrasi COD 5.009,01 mg/L = 46,76% dan konsentrasi COD 511,71 mg/L = 83,10%. Hasil ini menyatakan bahwa Fenton mampu menurunkan COD limbah cair laboratorium hingga 80% pada konsentrasi yang relatif rendah.

Kata Kunci : air limbah laboratorium, Fenton, COD

ABSTRACT

Laboratory wastewater was derived from analytical activities in the laboratory and grouped to hazardous waste. It was different from hazardous industrial wastewater because of many different pollutants. The composition of its dangerous substances was not easy to be processed by biological process. Therefore, chemical method was tried, namely Advanced Oxidation Processes (AOPs). The optimum dose of Fenton (H₂O₂ and FeSO₄) reagent was the purpose to reduce the concentration of Chemical Oxygen Demand (COD). Variations applied were COD concentrations, which were 10,090,09 mg / L, 5,009,01 mg / L and 511,71 mg / L with varied reagent. The optimum dose of Fenton reagent was obtained 1: 300 with COD reduction efficiency as follows: COD concentration 10,090,09 mg / L = 21,43%, COD concentration 5,009,01 mg / L = 46,76% and concentration of COD 511,71 mg / L = 83,10%. The results suggested that Fenton could to reduce COD concentration up to 80% in relatively low concentrations.

Keywords: *laboratory wastewater, Fenton, COD, batch*

yang memiliki program studi kimia, lingkungan, farmasi, dan laboratorium negeri dan swasta belum

PENDAHULUAN

Air tanah dan sungai dicemari oleh limbah yang berisi zat organik dan anorganik, baik dari limbah domestik maupun industri. Ada satu lagi air limbah yang besar polutannya, yaitu air limbah laboratorium. Air limbah ini berasal dari sisa analisis berbagai parameter di laboratorium dan berpotensi mencemari lingkungan. Banyak sekolah analisis kimia, kampus

memiliki pengolahan limbah laboratorium yang tepat guna. Bahkan dibuang begitu saja bersama dengan air cucian tangan di wastafel, masuk ke selokan di sekitarnya.

Tema pengolahan limbah laboratorium ini masih perlu diteliti dengan beragam unit proses-operasi agar

diperoleh kondisi optimum sehingga hemat biayanya. Yang masih diperdebatkan adalah dosis optimum yang bervariasi dari satu limbah ke limbah lainnya. Oleh sebab itu, dengan latar penelitian yang sudah ada, dilaksanakan penelitian untuk mengetahui efisiensi AOPs berbasis Fenton dalam mengolah limbah laboratorium. Rasio ini penting diketahui untuk memperoleh biaya termurah apabila proses pengolahan limbah laboratorium ini dilaksanakan dalam skala lapangan. Perlu diujikan variasi dosis pereaksi Fenton terhadap variasi COD, baik dalam konsentrasi simulasi maupun konsentrasi faktanya di lapangan.

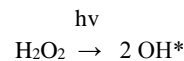
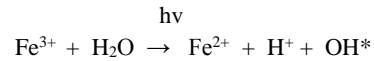
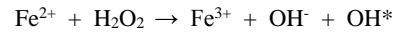
TINJAUAN PUSTAKA

Sumber limbah cair laboratorium adalah larutan baku kadaluwarsa, larutan habis pakai (sisa analisis), sisa sampel & sisa pelarut, dan bekas cucian alat-alat gelas. Menteri Lingkungan Hidup di dalam peraturan No. 5 Tahun 2014 menyatakan bahwa setiap kegiatan yang menghasilkan limbah wajib untuk melakukan pengujian terhadap air limbah yang dihasilkan sesuai dengan jenis kegiatan perusahaan. Parameter uji yang harus dilakukan sudah ditentukan berdasarkan jenis-jenis industrinya. Kalau ada yang belum masuk ke dalam kelompok yang sesuai dengan jenis industrinya maka bisa menggunakan Lampiran XLVII dengan kategori Baku Mutu Air Limbah Bagi Usaha dan/atau Kegiatan yang Belum Memiliki Baku Mutu Air Limbah Yang Ditetapkan. Karena limbah cair laboratorium belum memiliki baku mutu khusus maka digolongkan pada lampiran XLVII.

Yang umum digunakan sebagai parameter uji limbah cair ialah COD (*Chemical Oxygen Demand*), sebuah parameter untuk mengetahui pencemaran di dalam air yang disebabkan oleh limbah organik (Eckenfelder, 1989). Definisi COD ialah jumlah oksigen (mg O₂) yang dibutuhkan untuk mengoksidasi secara kimia zat-zat organik di dalam sampel air atau banyaknya oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi secara kimia zat-zat organik menjadi CO₂ dan H₂O.

Adapun *Advanced Oxidation Processes* (AOPs) adalah proses oksidasi lanjut yang bisa digunakan untuk mengolah limbah laboratorium seperti senyawa aromatik, pestisida, minyak. Polutan dikonversi menjadi senyawa anorganik stabil seperti karbon dioksida dan garam yang akan dimineralisasi. Satu contoh AOPs adalah foto Fenton yang menggunakan

hidrogen peroksida dengan katalisator garam besi (Sholeh M, 2013). Foto Fenton juga melibatkan sinar matahari atau sumber cahaya buatan (Lucas, 2009, Munter, 2001). Reaksinya sebagai berikut:



Besarnya potensi pencemaran akibat limbah laboratorium perlu dikurangi dengan pengolahan agar masalah pencemaran air bisa dikurangi. Foto Fenton dicoba untuk menurunkan limbah dari sebuah laboratorium uji berakreditasi yang berlokasi di Kota Bandung. Fenton bekerja optimal pada konsisi asam. Nilai pH optimum pereaksi Fenton untuk menurunkan COD terjadi pada pH 3. Pada pH ini terjadi pembentukan maksimum radikal hidroksil sehingga mampu menurunkan COD dengan efisiensi yang tinggi. (Agustina, 2012). Pada pH kurang dari 3 pembentukan radikal hidroksil tidak maksimal sehingga ion besi kurang maksimal mengatalisis pembentukan radikal hidroksil. Pada pH lebih dari 3 penurunan COD lebih rendah karena sebagian ion besi mengendap. Akibatnya, sebagian hidrogen peroksida menjadi tidak stabil dan mengurai menjadi oksigen dan air sehingga kemampuan oksidasinya berkurang.

Poin lain adalah waktu kontak, yaitu lama waktu yang dibutuhkan untuk menyelesaikan reaksi. Mekanisme kerja suatu radikal bebas terdiri atas tahap inisiasi. Tahap ini terjadi pada reaktan ketika ikatan terlemahnya terputus kemudian menghasilkan radikal bebas. Selanjutnya adalah tahap propagasi, yaitu peningkatan jumlah spesies atau molekul yang reaktif akibat reaksi radikal bebas. Peristiwa ini terjadi berulang, bentukan radikal bebas bereaksi lagi dan menghasilkan radikal bebas seperti semula.

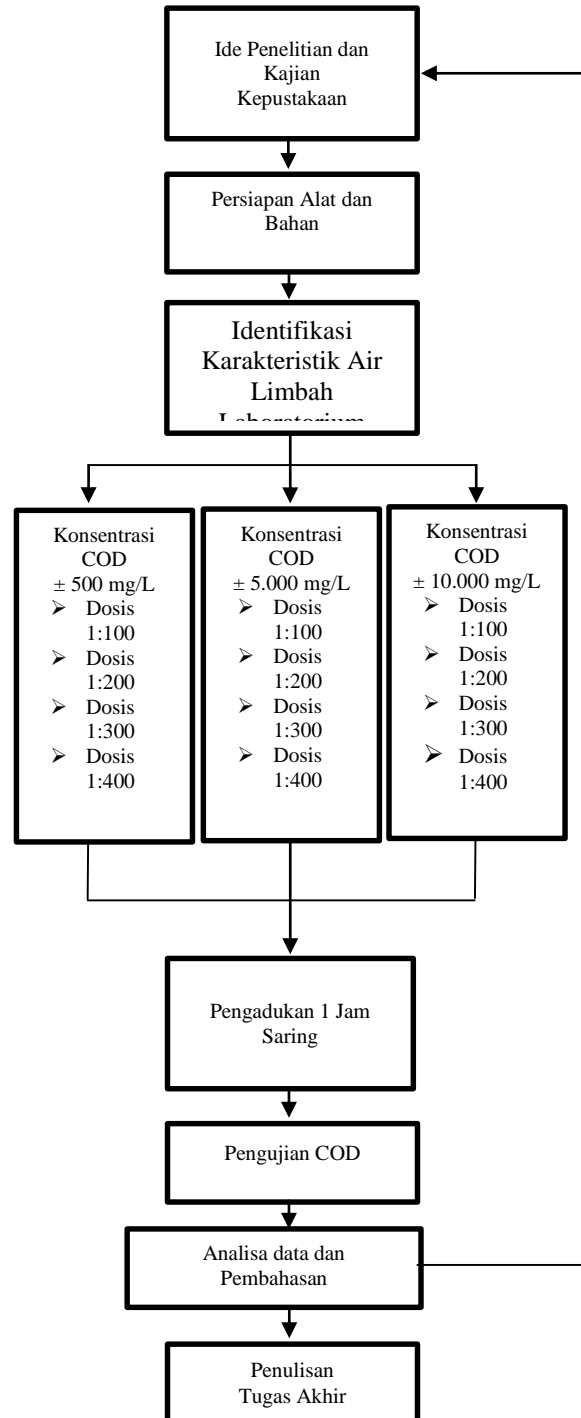
Tahap terminasi adalah tahap akhir proses yang menghasilkan radikal stabil, tidak reaktif, sebagai akhir reaksi. Tampak bahwa waktu yang dibutuhkan radikal hidroksil untuk mengoksidasi zat organik relatif lama. Hal ini disebabkan oleh kompleksitas zat organik di dalam limbah cair dan mekanisme

reaksinya yang bertahap. Waktu kontak antara pereaksi Fenton dengan sampel limbah kurang lebih 60 menit. (Ramadhan A, 2012). Waktu kontak di bawah 60 menit mengakibatkan tahap reaksinya belum sempurna sehingga penurunan COD kurang maksimal.

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian yang dilaksanakan dalam skala laboratorium ini bertujuan untuk memperoleh angka efisiensi penurunan COD air limbah laboratorium dengan metode AOPs secara *Batch* berbasis H₂O₂ dan FeSO₄. Penelitian terdiri atas dua tahap, yaitu: penelitian pendahuluan untuk mengetahui konsentrasi COD limbah laboratorium dan penelitian utama untuk mengetahui dosis optimum pereaksi Fenton dalam setiap variasi konsentrasi COD limbah laboratorium. Variasi berguna untuk mengetahui kemampuan Fenton dalam menurunkan COD dengan konsentrasi yang bervariasi.

Fenton (H₂O₂/Fe²⁺) digunakan karena mudah dan simple, dan cocok untuk limbah laboratorium yang bersifat asam sehingga tidak memerlukan penambahan asam untuk pengaturan pH limbah. Pencampuran H₂O₂ dan FeSO₄ dilakukan terlebih dahulu sebelum direaksikan dengan limbah agar terbentuk radikal hidroksil. Radikal hidroksil ini reaktif, umurnya pendek, dan detrimental (Usada, 2007)



Gambar 1. Diagram Alir Metode Penelitian

Gambar 1 berbicara tentang proses penelitian yang dimulai dari ide yang muncul karena ada masalah dalam pengolahan air limbah laboratorium. Ide ini lantas dikuatkan dengan studi kepustakaan atas jurnal, tugas akhir, buku teks, situs internet dan laporan penelitian lainnya. Adapun tahap persiapan bertujuan untuk menentukan teknik sampling di lokasi laboratorium yang dijadikan objek studi, penyiapan alat dan bahan. Selanjutnya adalah identifikasi karakteristik limbah laboratorium dengan cara sampling untuk memperoleh data primer karakteristik limbah tersebut. Metode pengambilan sampel adalah *Grab* (pengambilan sampel sesaat). Penyaringan dilakukan untuk memisahkan padatan yang tidak terlarut selama proses reaksi antara pereaksi Fenton dengan sampel limbah.

Bahan

1. Air bebas organik.
2. Larutan pereaksi asam sulfat. (MERCK).
3. Larutan baku $K_2Cr_2O_7$ 0,01667 M ($\approx 0,1$ N) *Digestion solution*. (MERCK).
4. Larutan indikator Feroin. (MERCK).
5. Larutan baku Ferro Ammonium Sulfat (FAS) 0,05 N. (MERCK).
6. Hidrogen Peroksida (H_2O_2) 20% (Brataco).
7. $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (MERCK).
8. NaOH (MERCK).
9. Kertas saring kasar.

Alat

1. *Digestion Vassel* (Hach).
2. Pemanas dengan lubang-lubang penyangga tabung (Hach).
3. Mikroburet (Iwaki Pyrex).
4. Labu ukur 100 mL dan 1000 mL (Iwaki Pyrex).
5. Pipet Volumetrik 5 mL, 10 mL dan 25 mL (Iwaki Pyrex).
6. Pipet Ukur 5 mL, 10 mL dan 25 mL (Iwaki Pyrex).
7. Erlenmeyer 250 mL (Iwaki Pyrex).
8. Gelas kimia 250 mL (Iwaki Pyrex).
9. Timbangan Analitik dengan ketelitian 0,1 mg (Metler Toledo).
10. *Magnetic Stirrer* (Thermo Scientefic)
11. Gelas kimia 250 mL (Iwaki Pyrex).
12. Pipet Volumetrik 5 mL, 10 mL dan 25 mL (Iwaki Pyrex).
13. *Stopwatch*

Prosedur

- a. Dosis 1:100
 1. Diukur 100 mL sampel air limbah laboratorium dengan konsentrasi COD ± 500 mg/L, ± 5.000 mg/L dan ± 10.000 mg/L ke dalam ,masing-masing gelas kimia 250 mL.
 2. pH diatur menjadi 3 dengan penambahan NaOH atau H_2SO_4 .
 3. Ditambahkan 15 mL pereaksi Fenton 1:100.
 4. Dikocok selama 1 jam.
 5. Disaring untuk memisahkan endapan dengan menggunakan kertas saring dan dihitung nilai COD masing-masing larutan.
- b. Dosis 1:200
 1. Diukur 100 mL sampel air limbah laboratorium dengan konsentrasi COD ± 500 mg/L, ± 5.000 mg/L dan ± 10.000 mg/L ke dalam ,masing-masing gelas kimia 250 mL.
 2. pH diatur menjadi 3 dengan penambahan NaOH atau H_2SO_4 .
 3. Ditambahkan 15 mL pereaksi Fenton 1:200.
 4. Dikocok selama 1 jam.
 5. Disaring untuk memisahkan endapan dengan menggunakan kertas saring dan dihitung nilai COD masing-masing larutan.
- c. Dosis 1:300
 1. Diukur 100 mL sampel air limbah laboratorium dengan konsentrasi COD ± 500 mg/L, ± 5.000 mg/L dan ± 10.000 mg/L ke dalam ,masing-masing gelas kimia 250 mL.
 2. pH diatur menjadi 3 dengan penambahan NaOH atau H_2SO_4 .
 3. Ditambahkan 15 mL pereaksi Fenton 1:300.
 4. Dikocok selama 1 jam.
 5. Disaring untuk memisahkan endapan dengan menggunakan kertas saring dan dihitung nilai COD masing-masing larutan.
- d. Dosis 1:400
 1. Diukur 100 mL sampel air limbah laboratorium dengan konsentrasi COD ± 500 mg/L, ± 5.000 mg/L dan ± 10.000 mg/L ke dalam ,masing-masing gelas kimia 250 mL.
 2. pH diatur menjadi 3 dengan penambahan NaOH atau H_2SO_4 .
 3. Ditambahkan 15 mL pereaksi Fenton 1:400.
 4. Dikocok selama 1 jam.
 5. Disaring untuk memisahkan endapan dengan menggunakan kertas saring dan dihitung nilai COD masing-masing larutan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada tahap pertama, limbah cair laboratorium dianalisis untuk diketahui konsentrasi COD-nya. Sampel limbah cair ini diambil secara *Grab* (sesaat) di titik *influent* limbah cair laboratorium. Volume yang diambil 2 liter, kemudian dianalisis dan diperoleh COD 10.090,09 mg/L. Hasil dan metode analisisnya ditulis di dalam Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Uji Konsentrasi Awal COD

Parameter	Konsentrasi COD		Metode
	Rencana (mg/L)	setelah uji (mg/L)	
COD	± 10.000	10.090,09	SNI 6989.73:2009

Untuk membuat variasi konsentrasi COD sesuai dengan rencana penelitian, maka sampel diencerkan agar konsentrasi COD-nya mendekati ± 5.000 mg/L dan ± 500 mg/L. Limbah diencerkan dengan akuades bebas mineral. Hasil pengenceran limbah cair awal diperoleh konsentrasi COD 5.009,01 mg/L dan 511,71 mg/L.

Tabel 2. Konsentrasi COD Setelah Pengenceran Limbah Cair

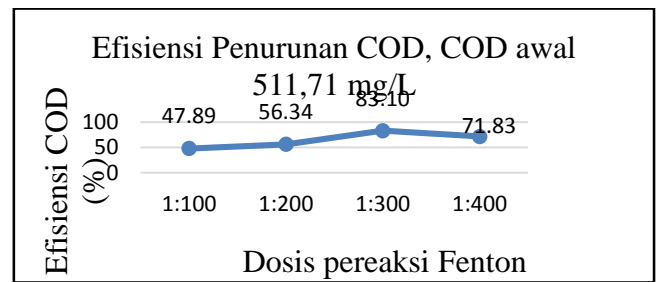
Parameter	Konsentrasi COD		Metode
	Rencana (mg/L)	setelah uji (mg/L)	
COD	± 5.000	5.009,01	SNI 6989.73:2009
	± 500	511,71	SNI 6989.73:2009

Sumber: Hasil analisis laboratorium, 2017

Setelah diterapkan variasi pereaksi Fenton terhadap COD 511,71 mg/L diperoleh efisiensi penurunan COD seperti ditulis di dalam Tabel 3.

Tabel 3. Efisiensi Penurunan COD 511,71 mg/L dengan Variasi Dosis Fenton

Dosis pereaksi Fenton	COD (mg/L)	Efisiensi (%)	Baku Mutu Permen LH No.5 Tahun 2014 (mg/L)
1:100	266,67	47,89	300
1:200	223,42	56,34	
1:300	86,49	83,10	
1:400	144,14	71,83	



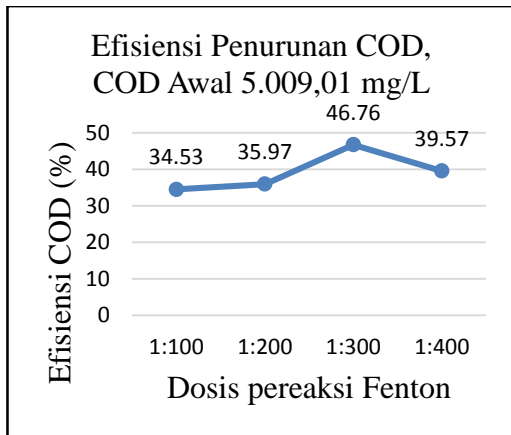
Gambar 2. Efisiensi Penurunan COD 511,71 mg/L dengan Variasi Dosis Fenton

Tabel 3 dan/atau Gambar 2 menyatakan bahwa efisiensi tertinggi penurunan COD terjadi pada dosis pereaksi Fenton 1:300, sebesar 83,10%. Sedangkan efisiensi terendah penurunan COD terjadi pada dosis 1:100 dengan efisiensi 47,89%. Semua COD air limbah hasil olahan berada di bawah baku mutu, artinya memenuhi syarat. Dengan konsentrasi awal COD yang relatif sama, yaitu 500 mg/L tampak bahwa Fenton mampu menurunkan COD lebih banyak daripada proses biologi aerobik anaerobik yang pernah diterapkan pada pengolahan limbah cair laboratorium. Selanjutnya adalah konsentrasi COD 5.009,01 mg/L dan hasilnya seperti pada Tabel 4.

Tabel 4. Efisiensi Penurunan COD 5.009,01 mg/L dengan Variasi Dosis Fenton

Dosis pereaksi Fenton	COD (mg/L)	Efisiensi (%)	Baku Mutu Permen LH No.5 Tahun 2014 (mg/L)
1:100	3.279,28	34,53	300
1:200	3.207,21	35,97	
1:300	2.666,67	46,76	
1:400	3.027,03	39,57	

Sumber: Hasil analisis laboratorium, 2016

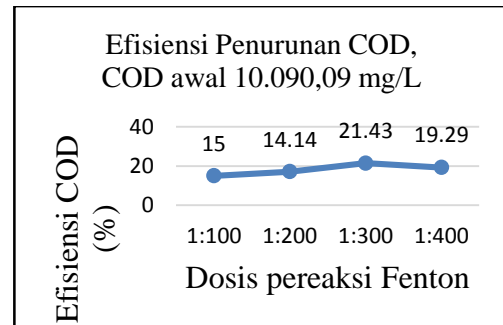


Gambar 3. Efisiensi Penurunan COD 5.009,01 mg/L dengan Variasi Dosis Fenton

Tabel 4 dan/atau Gambar 3 menyatakan bahwa penurunan tertinggi COD terjadi pada dosis pereaksi Fenton 1:300 dengan efisiensi 46,76%. Sedangkan penurunan terendah COD terjadi pada dosis 1:100 dengan efisiensi 34,53%. Namun COD air olahan masih jauh di atas angka baku mutu. Disimpulkan bahwa pada COD tinggi, kisaran 5.000 mg/L, Fenton masih mampu menurunkan COD hampir setengah dari konsentrasi sebelum diolah dengan Fenton. Artinya, untuk mengolah limbah cair laboratorium yang tinggi COD-nya, perlu dilaksanakan dalam beberapa tahap dengan dosis optimum tersebut. Yang terakhir adalah dengan konsentrasi COD 10.090,09 mg/L.

Tabel 5. Efisiensi Penurunan COD 10.090,09 mg/L dengan Variasi Dosis Fenton

Dosis pereaksi Fenton	COD (mg/L)	Efisiensi (%)	Baku Mutu Permen LH No.5 Tahun 2014 (mg/L)
1:100	8.576,58	15,00	300
1:200	8.360,36	17,14	
1:300	7.927,93	21,43	
1:400	8.144,14	19,29	



Gambar 4. Efisiensi Penurunan COD 10.090,09 mg/L dengan Variasi Dosis Fenton

Tabel 5 dan/atau Gambar 4 menyatakan bahwa efisiensi tertinggi penurunan COD terjadi pada dosis pereaksi Fenton 1:300, sebesar 21,43%. Sedangkan efisiensi terendah pada dosis 1:100 dengan efisiensi 15%. Pada konsentrasi sangat tinggi sekali, yaitu COD 10.090,09 mg/L diperoleh efisiensi pengolahan limbah laboratorium dengan Fenton pada kisaran 20 persen, dengan kategori rendah. Perlu beberapa tahap untuk mengolah limbah cair laboratorium yang konsentrasinya sangat tinggi, kisaran 10.000 mg/L.

Dengan tiga variasi konsentrasi COD tersebut diperoleh dosis optimum Fenton adalah 1:300. Makin besar rasio mmol pereaksi Fenton (yaitu konsentrasi H₂O₂), makin besar pula efisiensi penurunan COD. Ini terjadi sampai keadaan optimum tercapai pada saat perbandingan mmol pereaksi Fenton = 1:300. Setelah melewati rasio mmol optimum pereaksi

Fenton ini maka konsentrasi COD di dalam limbah cair olahan kembali membesar. Penyebabnya adalah konsentrasi OH^* sudah jenuh (*exhausted*) dalam mengoksidasi sehingga pereaksi Fenton terdeteksi sebagai pencemar yang menaikkan konsentrasi COD dalam limbah cair.

KESIMPULAN

Diperoleh dosis optimum pereaksi Fenton 1:300 dengan efisiensi penurunan COD sebagai berikut. (1) Pada COD 511,71 mg/L efisiensi optimumnya 83,10%. (2) Pada COD 5.009,01 mg/L diperoleh efisiensi optimum 46,76%. (3) Pada COD 10.090,09 mg/L diperoleh efisiensi optimum 21,43%. Secara umum disimpulkan bahwa pereaksi Fenton sangat efektif untuk mengolah limbah yang konsentrasi COD-nya dalam kisaran 500 mg/L dengan rasio dosis 1:300 mmol. Dengan dosis optimum tersebut bisa diujikan untuk limbah cair yang sama dalam mode operasi aliran menerus (*continuous flow*) dan variasi debit. Terbuka juga peluang untuk mengujinya dengan metode AOPs lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, T.E. 2012. "Penggunaan Reagen Fenton dan Adsorpsi Terhadap Penurunan Kadar COD Pada Air Limbah Pencucian Biji Kopi". Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya.
- Eckenfelder, W, Jr. 1989. "Industrial Water Pollution Control, 2nd.Ed. Mc. Graw Hill. Singapore.
- Lucas, Marco P G, 2009, *Application of Advanced Oxidation Processes to Wastewater Treatment*, Ph.D Dissertation, University of Tras-os-Montes and Alto Douro, Portugal.
- Munter, R, 2001, *Advanced Oxidation Processes – Current Status and Prospects*, Proc. Estonian Acad. Sci. Chem. 50, 2, 59-80.
- Ramadhan, A. 2012. "Membandingkan Pereaksi Fenton dan Kaporit Dalam Menurunkan Chemical Oxygen Demand (COD) Limbah Larutan Penyapu Jenuh". Fakultas MIPA Universitas Pakuan Bogor.
- Sholeh, M., Supraptiningsih, dan Arsitika, W. 2013. "Penurunan COD Air Limbah Industri Penyamakan Kulit Menggunakan Reagen

Fenton". Majalah Kulit, Karet dan Plastik, 29(1):31-36.

Standar Nasional Indonesia 6689.73:2009, air dan air limbah-bagian 73: Cara Uji Kebutuhan Oksigen Kimiawi (*Chemical Oxygen Demand/COD*) dengan refluks tertutup secara titrimetri.

Usada, W, Purwadi, A, 2007, Prinsip Dasar Teknologi Oksidasi Maju, Hibrida Ozon dengan Titania, Ganendra, X, 2.