



Dekolorisasi Limbah Warna *Remazol Black B* dengan Pendekatan Redoks dalam Reaktor Skala Ganda (Scale Up Reactor)

Ayu Fadhilatul Rukmana¹, Didik Setiyo Widodo^{1*}, dan M. Cholid Djunaidi¹

¹Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro, Jl. Prof. Soedarto S.H, Tembalang, Semarang 50275

*Corresponding author: widodo.ds@live.undip.ac.id

Received: 11 Desember 2021 / Accepted: 22 Desember 2021

Available online:

Abstract

Telah dilakukan penelitian dekolourisasi larutan *remazol black B* (RBB) dengan metode Fenton termodifikasi Pb. RBB yang banyak digunakan dalam industri tekstil merupakan salah satu pencemar yang potensial menimbulkan masalah lingkungan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum dalam proses dekolourisasi, mengevaluasi tingkat dekolourisasi dalam *scale up reactor*, dan menentukan karakteristik reaktor dekolourisasi. Pada penelitian ini dilakukan beberapa perlakuan, dalam skala laboratorium menggunakan Pb dari limbah baterai dan H₂O₂ pada kondisi pH tertentu kemudian ditentukan kondisi optimumnya. Perlakuan kedua, pada pewarna RBB skala ganda ditambahkan reagen Pb, H₂O₂ dan pH optimum. Pengujian penurunan intensitas warna dilakukan dengan spektrofotometer UV-Vis. Hasil penelitian menunjukkan bahwa larutan *remazol black B* dapat didekolourisasi menggunakan metode Fenton dengan memodifikasi penggunaan ion Fe²⁺ dengan Pb. Data menunjukkan pH netral optimum pada dekolourisasi zat warna menggunakan 1 g Pb dan H₂O₂ 10%. Persentase dekolourisasi mencapai 93,3% yang menunjukkan potensi metode ini dalam dekolourisasi RBB. Efektivitas dekolourisasi larutan RBB 50 ppm mencapai tertinggi pada kondisi reaktor tertentu dengan spesifikasi ukuran 100 mL H₂O₂ 10%, massa Pb 1 g, waktu dekolourisasi 4 jam waktu dekolourisasi 4 jam dengan prosentase dekolourisasi mencapai 99,99 % untuk skala normal dan 93,3% untuk skala ganda. Proses telah menurunkan nilai COD secara signifikan dari 4.027,7 mg/L menjadi 65,37 mg/L, atau sebesar 98,37%.

Kata Kunci: *Remazol black B* (RBB), Modifikasi Metode Fenton, Pb, dekolourisasi pada reaktor scale-up

1. Pendahuluan

Perkembangan yang pesat pada industri tekstil, menjadikan banyak limbah yang dihasilkan oleh industri menjadi semakin banyak, seperti limbah cair warna *remazol black B* akibat dari proses pewarnaan dalam industri tekstil. Polutan tersebut tidak terdegradasi secara cepat oleh lingkungan yang menjadikannya tidak layak konsumsi bagi makhluk hidup. Limbah cair merupakan sumber pencemaran air yang sangat berbahaya apabila tidak dilakukan penanganan yang tepat [1].

Pada penelitian lain, digunakan penanganan limbah zat warna dengan kajian dekolourisasi modifikasi Fenton yang sudah banyak dilakukan, seperti yang telah dilakukan oleh Chen dkk [2]. Pada penelitian tersebut, metode Fenton efektif untuk dekolourisasi larutan *remazol black B* pada skala laboratorium.

Pada skala ganda perlu diketahui karakteristik dan parameter keberhasilan penggunaan metode

fenton yang dimodifikasi menggunakan Pb dan H₂O₂ dalam mendekolourisasi zat warna *remazol black B* yang merupakan karakteristik reaktor. Kajian lanjut perlu dilakukan untuk semakin mendekati kondisi pada perairan, sehingga penelitian ini ditujukan untuk mengkaji dekolourisasi pada skala lebih besar.

2. Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahapan meliputi dekolourisasi *remazol black B* pada skala lab dengan penentuan kondisi optimum Pb dan H₂O₂, kemudian kondisi optimum tersebut digunakan pada skala ganda untuk menghasilkan reaktor yang dilakukan di Laboratorium Analitik.

2.1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah peralatan gelas beker (Pyrex), pipet tetes, pipet ukur (Pyrex), labu ukur, gelas ukur (Pyrex), corong pisah, kertas

Doi:

saring, buret (Pyrex), statif, pipet volume, neraca analitik (Kern), spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu).

Bahan yang digunakan adalah serbuk Remazol Black B (Sigma-Aldrich, sebagai bahan limbah artifisial), serbuk timbal (Pb) dari aki motor, larutan peroksida (H_2O_2) 10% (Merck for synthesis), larutan asam sulfat (H_2SO_4) (Merck), larutan NaOH 4N, akuades.

2.2. Analisis Awal Sampel Limbah Artifisial Remazol Black B

Analisis awal larutan sampel *remazol black B* 50 ppm adalah penentuan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}), penentuan spektra *UV-Vis* pada rentang 200-800 nm dan pengukuran absorbansi awal dengan spektrofotometer *UV-Vis*. Nilai COD sampel sebelum perlakuan juga diukur dengan melakukan refluks tertutup dan pengujian dengan spektrofotometer *UV-Vis* sesuai SNI 6989.2 2009. Nilai COD (*Chemical Oxygen Demand*) awal dibandingkan dengan nilai ambang batas sebagaimana diatur pada Peraturan Daerah Provinsi Jawa Tengah Nomor 5 Tahun 2012 yaitu 150 mg/L.

2.3. Dekolorisasi Larutan Limbah Zat Warna Remazol Black B dengan Modifikasi Fenton pada Skala Laboratorium

Menentukan absorbansi awal pada panjang gelombang maksimum. Kemudian dilakukan tahap berikut :

1. Penentuan pH optimum

Larutan *remazol black B* 50 ppm diambil 100 mL dilakukan variasi pada keadaan asam, basa, dan netral. Keadaan asam diperoleh dengan H_2SO_4 3 tetes. Pada keadaan basa ditambahkan NaOH sebanyak 3 tetes. Sedangkan pada keadaan netral ditambahkan 3 tetes akuades agar volume ketiga larutan (asam, basa, netral) bisa sebanding. Larutan ditambahkan 1 g serbuk Pb. Kemudian larutan ditambah dengan H_2O_2 10% 50 mL tetes demi tetes. Waktu total untuk penetasan, pendiaman, dan pengukuran absorbansi yaitu selama 4 jam. Larutan disaring dan filtrat diukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum.

2. Penentuan massa optimum

Larutan *remazol black B* 50 ppm 100 mL ditambahkan Pb dengan variasi massa sebesar 1, 2, 3, dan 4 gram. Dalam tahap ini digunakan larutan *remazol black B* dalam keadaan netral karena keadaan netral merupakan keadaan optimum yang paling baik untuk digunakan [3]. Setelah larutan ditambah serbuk Pb kemudian ditambahkan dengan H_2O_2 10% 50 mL. Total waktu 4 jam untuk penetasan, pendiaman, dan

penentuan absorbansi.

3. Penentuan Variasi Konsentrasi H_2O_2 Optimum

Larutan sampel zat warna *remazol black B* 50 ppm sebanyak 100 mL ditambahkan tetes demi tetes reagen H_2O_2 50 mL dan 1 gram serbuk Pb selama proses dekolorisasi dengan variasi konsentrasi yaitu 10%, 15%, 20%. Hidrogen peroksida yang tersedia dengan konsentrasi 30% maka dilakukan pengenceran terlebih dahulu untuk mendapatkan konsentrasi yang diinginkan. Dalam menentukan konsentrasi hidrogen peroksida optimum, absorbansi awal dan akhir dari larutan sampel dan panjang gelombang maksimum ditentukan dengan menggunakan alat spektrofotometer *UV-Vis* pada panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan. Penurunan nilai absorbansi, persentase dekolorisasi terbesar, perubahan spektra *UV-Vis* yang paling signifikan digunakan sebagai dasar penyimpulan kondisi konsentrasi H_2O_2 optimum perlakuan.

2.4. Dekolorisasi Zat Warna Remazol Black B pada Reaktor Skala Ganda (Scale Up)

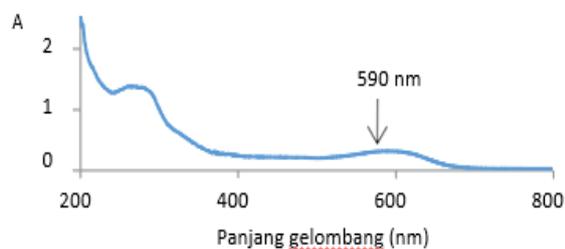
Pada skala ganda hasil dari pH netral, massa optimum Pb 1 gram dan konsentrasi H_2O_2 optimum 10% pada skala laboratorium digunakan pada teknik scale up ini. Pertama larutan *remazol black B* didekolorisasi pada skala yang lebih besar yaitu 50 ppm dalam 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500, 550 mL untuk mengetahui sejauh mana reaktor hasil skala laboratorium berupa pH netral, massa optimum Pb 1 gram dan konsentrasi H_2O_2 optimum 10% mampu bekerja pada volume lebih besar dalam skala ganda. Kemudian ditambahkan serbuk Pb 1 gram dalam keadaan pH netral, selanjutnya dilakukan dekolorisasi dengan penambahan 50 mL H_2O_2 10% tetes demi tetes dalam waktu 4 jam.

3. Hasil Dan Pembahasan

3.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Remazol Black B

Penentuan panjang gelombang maksimum yang digunakan pada skala laboratorium dan skala ganda dalam mendekolorisasi limbah zat warna adalah larutan *remazol black B* 50 ppm serta akuades untuk menentukan panjang gelombang maksimum yang selanjutnya akan digunakan pada skala laboratorium dan skala ganda. Ditunjukkan pada gambar 1.

Doi:



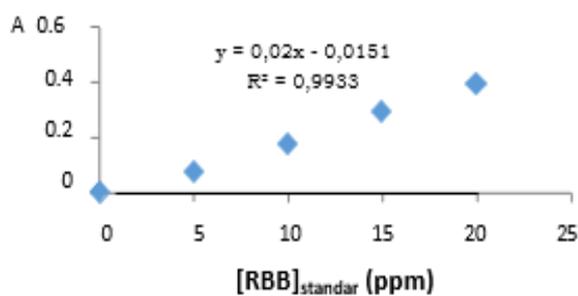
Gambar 1. Panjang gelombang maksimum larutan zat warna *remazol black B* 50 ppm

Berdasarkan Gambar 1 diperoleh hasil bahwa panjang gelombang maksimum berada pada daerah sekitar 590 nm. Dari hasil tersebut selanjutnya akan digunakan pada penentuan absorbansi untuk uji tahap berikutnya yaitu pada skala laboratorium dan skala ganda.

3.2. Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Zat Warna *Remazol Black B*

Sampel yang digunakan adalah limbah zat warna *remazol black B* 50% berbentuk serbuk sehingga diperlukan preparasi. Preparasi dilakukan agar mempermudah dalam penentuan konsentrasi sampel dalam proses dekolorisasi. Sampel zat warna dilakukan preparasi menjadi larutan dengan konsentrasi 50 ppm.

Pada penelitian ini digunakan metode kalibrasi yang merupakan suatu metode untuk mendapatkan konsentrasi secara lebih akurat dengan membandingkannya pada sederet larutan standar. Konsentrasi larutan standar zat warna *remazol black B* yang ditentukan sebesar 5, 10, 15, dan 20 ppm. Kemudian larutan standar dilakukan analisis untuk memperoleh data absorbansi. Kemudian prosedur pengukuran diterapkan untuk larutan sampel. Hasil yang diperoleh dikatakan akurat apabila nilai absorbansi dari sampel berada diantara nilai absorbansi standar yaitu pada 0,2 – 0,8 A [4]. Panjang gelombang maksimum *remazol black B* 50 ppm yang digunakan adalah 590 nm dengan menggunakan alat instrumen spektrofotometer *UV-Vis*. Ditunjukkan pada gambar 2

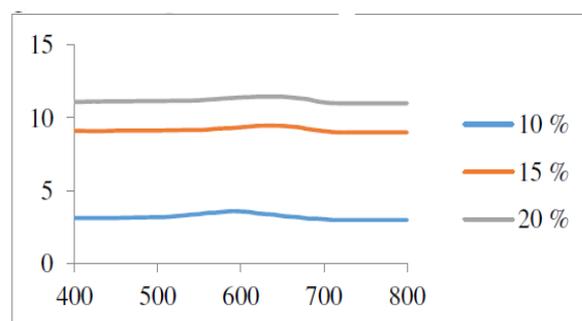


Gambar 2. Kurva kalibrasi larutan standar *remazol black B*

Tampak pada grafik koefisien korelasi mendekati 1, yang menunjukkan bahwa y pada grafik ini valid sebagai kurva standar.

3.3. Penentuan Konsentrasi H_2O_2 Optimum

Dalam penentuan konsentrasi H_2O_2 optimum parameter untuk mencapai hasil yang maksimum pada proses dekolorisasi limbah zat warna *remazol black B* yang berperan sebagai pengoksidasi dalam pemecahan senyawa zat warna *remazol black B*. Penentuan konsentrasi H_2O_2 optimum yang ditambahkan pada sampel *remazol black B* 50 ppm dilakukan pada variasi 10 %, 15 %, dan 20 %. Hidrogen peroksida yang tersedia dengan konsentrasi 30 % maka dilakukan pengenceran terlebih dahulu untuk mendapatkan konsentrasi yang diinginkan. Pengaruh konsentrasi H_2O_2 optimum diamatai pada pH yang netral (pH 7) pada temperatur ruang dan logam Pb sebagai katalis. Berikut gambar 3 spektra *UV-Vis* pada variasi H_2O_2 ,



Gambar 3 Spektra *UV-Vis* dekolorisasi sampel *remazol black B* 50 ppm + Pb + H_2O_2 10%, H_2O_2 15%, dan H_2O_2 20%

Pada proses dekolorisasi pada gambar 3.3 telah menunjukkan bahwa spektra yang sifatnya spesifik karena adanya gugus kromofor dalam senyawa *remazol black B* sebelum dekolorisasi. Pada kurva sekitar 200-300 nm terdapat puncak serapan karakteristik benzena terkonjugasi yang merupakan struktur dasar zat warna *remazol black B*, sedangkan puncak sekitar 590 nm sebelum dekolorisasi yang disebabkan adanya gugus kromofor pada limbah zat warna *remazol black B*. Hasil analisis dari spektra *UV-Vis* di atas menunjukkan proses dekolorisasi berlangsung dan mampu menghilangkan warna *remazol black*

Doi:

B yang biru pekat menjadi tidak berwarna (sedikit berwarna). Berdasarkan gambar 3 spektra *UV-Vis* pada H_2O_2 konsentrasi 10%, 15%, dan 20% yang dihasilkan, dapat disimpulkan bahwa kondisi konsentrasi H_2O_2 optimum dekolorisasi adalah 10%.

3.4. Penentuan pH Optimum

Perlakuan variasi pH dilakukan dalam mengamati pengaruh dari pH larutan dalam dekolorisasi yang terkait dengan produksi hidroksil ($\bullet OH$) dan mekanisme dari oksidasi zat warna *remazol black B* oleh radikal hidroksil ($\bullet OH$) dalam larutan. Variasi pH dilakukan dengan penambahan H_2SO_4 pekat untuk kondisi sampel dalam keadaan asam pada pH 3, penambahan NaOH untuk kondisi sampel dalam keadaan basa pada pH 9 dan penambahan akuades untuk kondisi sampel bersuasana netral pada pH 7. Pada reaksi reduksi-oksidasi menjelaskan bahwa kondisi pH yang tidak sesuai menyebabkan dekomposisi H_2O_2 oleh ion logam dan tidak menghasilkan radikal hidroksil [5]. Selama proses dekolorisasi selama 4 jam dihasilkan perubahan fisik yang berupa warna larutan sebelum dan sesudah dekolorisasi, yang bisa dilihat pada tabel 1.

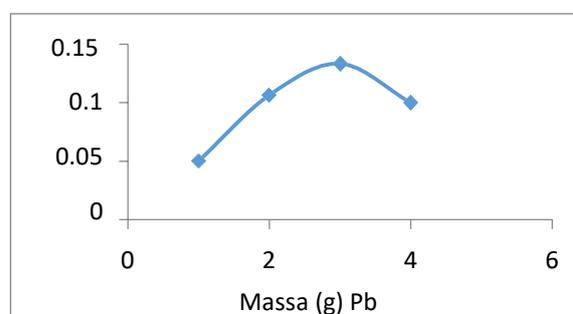
Tabel 1. Perubahan warna larutan sampel sebelum dan sesudah dekolorisasi selama 4 jam

No.	Larutan	Warna sebelum dekolorisasi	Warna sesudah dekolorisasi
1.	RBB + Pb, pH 3	Biru pekat	Biru memudar
2.	RBB + Pb, pH 7	Biru pekat	Tidak berwarna
3.	RBB + Pb, pH 9	Biru pekat	Keunguan

Pada tabel 1 dapat dilihat bahwa warna larutan sampel pada kondisi asam pH 3 berwarna sedikit biru, pada kondisi basa pH 9 warna berubah menjadi sedikit ungu, sedangkan pada pH 7 (netral) tidak berwarna. Pengaruh dari pH terhadap struktur *remazol black B* sendiri diperkirakan hanya berpengaruh terhadap gugus SO_3Na pada struktur *remazol black B* yang dapat sedikit menaikkan nilai panjang gelombang sekitar > 400 nm [6]. Proses dekolorisasi pada pH netral menunjukkan hasil terbaik dibandingkan pada pH asam dan basa. Berdasarkan hasil dekolorisasi maka kondisi terbaik yang dilakukan untuk skala ganda yaitu menggunakan suasana pH 7 netral dan konsentrasi H_2O_2 optimum sebesar 10 %.

3.5. Penentuan Massa Optimum Serbuk Timbal (Pb)

Pada penelitian ini dilakukan variasi massa Pb yaitu pada 1, 2, 3, dan 4 gram. Tujuan variasi massa tersebut untuk menentukan massa optimum melakukan dekolorisasi pada skala laboratorium dan digunakan dalam reaktor skala ganda (*scale up*). Pada penentuan massa optimum serbuk Pb sampel zat warna 100 ppm sebanyak 100 mL direaksikan dengan 50 mL H_2O_2 10%. Ketika serbuk Pb dimasukkan kedalam gelas beker muncul panas dan gelembung yang diakibatkan reaksi eksotermis. Setelah gelembung sudah tidak ada kemudian larutan disaring untuk memisahkan Pb dengan filtrat. Absorbansi selanjutnya diukur terhadap sistem larutan dengan spektra *UV - Vis* pada panjang gelombang maksimum 590 nm. Hasil ditunjukkan pada gambar 3.5.



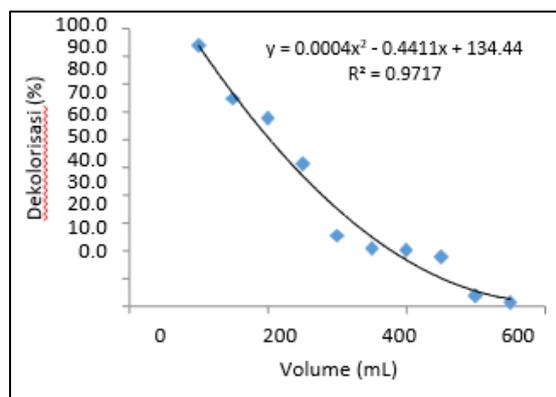
Gambar 4 Optimasi masa Pb sebagai modifier

Dari Gambar 4 diperoleh massa optimum pada 1 gram. Hal tersebut terjadi karena jumlah serbuk yang semakin besar meningkatkan kerapatan antarmolekul, sehingga interaksi yang terjadi antara sampel dengan radikal menjadi terhambat.

3.6. Aplikasi Sistem Skala Ganda

Pada aplikasi skala ganda berikut ini dilakukan variasi volume dari 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500, hingga 550 mL. Berikut adalah kurva hasil yang didapatkan pada pengukuran dekolorisasi *remazol black B* selama 4 jam pada kondisi pH 7 diperoleh persentase dekolorisasi yang disajikan pada gambar 3.6.

Doi:



Gambar 5. Persentase dekolorisasi pada skala ganda

Berdasarkan Gambar 5 persentase dekolorisasi yang diperoleh bahwa dekolorisasi menunjukkan kecenderungan menurun pada volume yang semakin besar. Hal ini membuktikan bahwa semakin tinggi volume sampel *remazol black B* yang digunakan dapat menurunkan tingkat dekolorisasi, hasil yang diperoleh semakin menurun, dengan jumlah zat warna yang semakin besar. Pada sel dekolorisasi ini, dengan spesifikasi sel pH 7, Pb 1 gram, H₂O₂ 10%, sampel larutan *remazol black B* 50 ppm dekolorisasi diusulkan mengikuti model binomial,

$$y = 0,0004x^2 - 0,4411x + 134,44$$

4. Kesimpulan

Modifikasi metode fenton dengan penggunaan Pb mampu mendekolorisasi limbah artifisial yang mengandung remazol black B. Kondisi optimum proses dekolorisasi sampel remazol black B pada volume 100 mL 50 ppm adalah pH netral, penggunaan Pb 1 gram, konsentrasi H₂O₂ 10% menghasilkan persentase dekolorisasi pada skala laboratorium sebesar 99,99 %, sedangkan skala ganda yang didekolorisasi selama 4 jam menghasilkan persentase dekolorisasi sebesar

93,3%, dengan penurunan COD sebesar 98,37%. Reaktor mengikuti model $y = 0,0004x^2 - 0,4411x + 134,44$.

Daftar Pustaka

- [1] Bedolla-Guzman, Alejandro, Ignasi Sirés, Abdoulaye Thiam, Juan Manuel Peralta-Hernández, Silvia Gutiérrez-Granados, Enric Brillas, Application of anodic oxidation, electro-Fenton and UVA photoelectro-Fenton to decolorize and mineralize acidic solutions of Reactive Yellow 160 azo dye, *Electrochimica Acta*, 206, (2016), 307-316
<https://doi.org/10.1016/j.electacta.2016.04.166>
- [2] Chen, Hai Feng, Treatment of the reactive yellow dye wastewater by microwave enhanced Fenton oxidation, *Applied Mechanics and Materials*, 2014
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.675-677.587>
- [3] Wardiyati, Siti, Sari Hasanah Dewi, Adel Fisli, DEKOLORISASI LIMBAH INDUSTRI BATIK MENGGUNAKAN PROSES FENTON DAN FOTOFENTON, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 14, 2, (2018), 131-135
<https://doi.org/10.17146/jsmi.2013.14.2.4434>
- [4] Skoog, Douglas A, Donald M West, F James Holler, Stanley R Crouch, *Fundamentals of analytical chemistry*, Cengage learning, 2013
- [5] Fathi, Zahra, Elham Keshmirizadeh, Use of Fenton Reagent as Advanced Oxidative Process for Removal of Basic and Acid Red Dyes from Aqueous Solutions, (2015)
- [6] Rao, Ch Venkatanarasimha, Arndu Sekhar Giri, Vibhav V Goud, Animes Kumar Golder, Studies on pH-dependent color variation and decomposition mechanism of Brilliant Green dye in Fenton reaction, *International Journal of Industrial Chemistry*, 7, 1, (2016), 71-80
<https://doi.org/10.1007/s40090-015-0060-x>