

## DEKOLORISASI LIMBAH INDUSTRI BATIK MENGUNAKAN PROSES FENTON DAN FOTO FENTON

**Siti Wardiyati, Sari Hasnah Dewi dan Adel Fisli**

*Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN*

*Kawasan Puspiptek, Serpong 15313, Tangerang Selatan*

*e-mail: siti-war@batan.go.id*

*Diterima: 11 Juni 2012*

*Diperbaiki: 19 September 2012*

*Disetujui: 22 November 2012*

### ABSTRAK

**DEKOLORISASI LIMBAH INDUSTRI BATIK MENGGUNAKAN PROSES FENTON DAN FOTO FENTON.** Telah dilakukan dekolourisasi limbah industri menggunakan metode Fenton dan Foto Fenton. Percobaan ini dilakukan dengan tujuan untuk memperoleh kondisi optimum proses pengolahan limbah industri dengan metode Fenton dan Foto Fenton. Limbah industri pada percobaan ini digunakan limbah warna biru dari proses pembuatan batik yang diperoleh dari Batik Rara Djograng Yogyakarta. Faktor faktor yang dipelajari pada percobaan ini adalah pengaruh jumlah katalisator  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , jumlah oksidator  $\text{H}_2\text{O}_2$ , dan waktu oksidasi pada proses Fenton dan Foto Fenton. Kondisi optimum percobaan dekolourisasi limbah batik warna biru dengan metoda Fenton dan Foto Fenton terjadi pada jumlah  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  25 mg, jumlah  $\text{H}_2\text{O}_2$  25  $\mu\text{L}$ , waktu kontak 15 menit pada pH larutan 3,0 Pada kondisi tersebut efisiensi dekolourisasi mencapai 77,5 % untuk proses Fenton dan 98,5 % untuk proses Foto Fenton.

**Kata kunci:** Fenton, Decolorisasi, Limbah warna, Radikal bebas

### ABSTRACT

**DECOLORIZATION OF INDUSTRIAL WASTE USING FENTON PROCESS AND PHOTO FENTON.** Industrial wastewater decolorization has been done using the method of Fenton and Photo Fenton. The experiment was conducted in order to obtain the optimum process conditions for industrial waste treatment method with Fenton and Photo Fenton. Industrial waste used in this experiment waste of blue batik making process derived from Rara Djograng Batik Yogyakarta. Factors were studied in this research are the effect of the amount of catalyst  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , the amount of oxidant  $\text{H}_2\text{O}_2$ , and the time of oxidation in the Fenton and Photo Fenton. The optimum conditions of decolorization of blue batik waste by Fenton and Photo Fenton methods occurred in the number of  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  25 mg, the amount of  $\text{H}_2\text{O}_2$  25 mL, contact time of 15 min at pH 3.0. In these conditions efficiency of decolorization reached 77.5 % for the Fenton and 98.5 % for the Photo Fenton process.

**Keywords:** Fenton, Decolorization, Waste color, Free radicals

### PENDAHULUAN

Pertumbuhan ekonomi bangsa Indonesia dewasa ini semakin berkembang, hal ini ditunjukkan dengan semakin berkembangnya pertumbuhan industri di negeri ini. Kegiatan industri akan diikuti dengan adanya dampak negatif dari limbah, yang akan menimbulkan masalah lingkungan. Limbah industri warna dari industri tekstil, kertas, farmasi pada umumnya mengandung senyawa yang bersifat karsinogenik dan *non-biodegradable*. Limbah cair tersebut akan mengakibatkan kematian ikan, keracunan pada ternak, kematian plankton, dan bila terakumulasi dalam daging ikan dan molusca akan membahayakan kehidupan manusia. Akumulasi racun

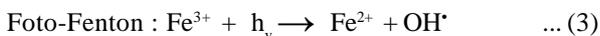
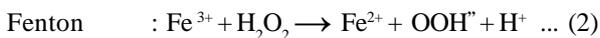
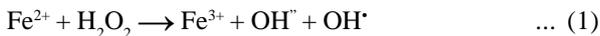
dalam tubuh pada konsentrasi yang tidak dapat ditoleransi bisa melumpuhkan organ bahkan mematikan fungsi kerja otak. Oleh karena itu perlu penanganan serius mengenai limbah tersebut.

Pengolahan limbah cair yang mengandung zat warna, termasuk yang berasal dari industri batik biasanya diolah secara konvensional antara lain dengan cara klorinasi, pengendapan, penyerapan dengan karbon aktif dan secara mikrobiologi [1]. Dengan cara klorinasi dan pengendapan, endapan yang terbentuk biasanya dibakar yang akan mengakibatkan terbentuknya senyawa kloroksida dan karbondioksida,

sedangkan dengan penggunaan karbon aktif hanya menyerap pencemar organik yang mempunyai berat molekul rendah, sedangkan untuk senyawa dengan berat molekul tinggi tidak tereliminasi.

Pengolahan secara mikrobiologi hanya dapat menguraikan senyawa yang bersifat *biodegradable* sedangkan senyawa *non biodegradable* akan tetap tetap ke dalam endapan atau lumpur yang akan kembali ke lingkungan. Oleh karena itu perlu dilakukan pengembangan teknologi yang lebih efektif untuk mengurangi konsentrasi zat warna dalam air limbah, salah satu diantaranya dengan metode Fenton [2].

Metode Fenton adalah salah satu metode untuk degradasi senyawa organik dengan pembentukan radikal bebas  $\text{OH}^\cdot$  yang diperoleh dari reaksi  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan ion  $\text{Fe}^{2+}$  dalam kondisi penyorotan atau tanpa penyorotan sinar *Ultra Violet (UV)* dari matahari. Pada metode Fenton hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) berfungsi sebagai oksidator dan besi sebagai katalisator. Proses oksidasi atau degradasi warna akan bertambah efektif dengan tambahan paparan sinar *UV* yang memiliki efek tambahan pada penyisihan warna, proses ini disebut proses Foto Fenton. Reaksi yang terjadi pada proses Fenton dan Foto Fenton seperti pada Persamaan (1) hingga Persamaan (3) [2]:



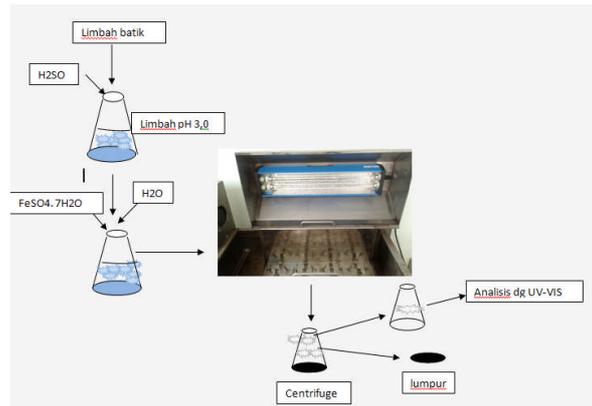
Pada percobaan ini akan dilakukan penghilangan warna biru limbah batik dengan metode Fenton dan Foto Fenton. Pada proses pembuatan batik, jenis pewarna biru yang biasa digunakan adalah pewarna sintesis *Naphthol blue black* yang merupakan salah satu senyawa kimia disazo aromatik yang bersifat karsinogenik [3]. Percobaan ini dilakukan dengan tujuan untuk mendapatkan kondisi optimum proses dekolourisasi limbah batik warna biru dengan metode Fenton dan Foto Fenton menggunakan katalisator  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ .

## METODE PERCOBAAN

### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan adalah limbah batik warna biru dari Batik Roro Djonggrang Yogyakarta, larutan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 35 % w/w dan Fero sulfat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), *Merck*. Larutan pengatur pH yaitu  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (0,1N),  $\text{NaOH}$ .

Alat yang digunakan pada percobaan ini adalah spektrofotometer *Ultra Violet-Visible (UV-Vis)* Lambda 25 *Perkin Elmer* untuk analisis warna, *Fourier Transform-Infra Red (FT-IR) Bruker Tensor 27* untuk mengetahui jenis senyawa yang ada larutan limbah, *Centrifuge* untuk pemisahan filtrat hasil proses, pH meter



Gambar 1. Diagram alir percobaan dekolourisasi warna dengan metode Fenton dan Foto Fenton

untuk mengatur pH larutan, *shaker* buatan BKAN PTBIN untuk proses Fenton dan Foto Fenton.

### Cara Kerja

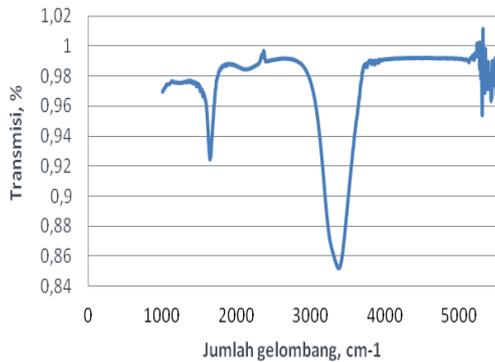
Sebelum percobaan dilakukan larutan limbah warna di analisis kandungan senyawa yang terkandung didalamnya dengan menggunakan *FT-IR*. Panjang gelombang warnanya dan tinggi absorbansi pada panjang gelombang terukur dengan menggunakan spektrofotometer *UV-Vis*. Percobaan dilakukan secara satu dengan cara, sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 200 mL, pH limbah diatur bervariasi (2, 3, 4, 5 dan 6) dengan menggunakan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , kemudian ditambahkan katalisator  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dengan jumlah bervariasi dari 25 mg hingga 150 mg dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan jumlah bervariasi 10  $\mu\text{L}$  hingga 100  $\mu\text{L}$ . Erlenmeyer yang berisi larutan limbah tersebut dimasukkan ke dalam alat pengocok berupa *shaker* yang muat 12 erlenmeyer 200 mL yang dilengkapi dengan lampu *Ultra Violet (UV)*. *Shaker* dihidupkan selama bervariasi dari 15 menit hingga 120 menit, pada proses Fenton lampu *UV* tidak dinyalakan, sedangkan pada proses Foto Fenton lampu *UV* dinyalakan. Setelah proses selesai, endapan yang terbentuk dipisahkan dari filtratnya dengan menggunakan *Centrifuge*, selanjutnya filtrat dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer *UV-Vis*. Untuk lebih jelasnya diagram percobaan terlihat pada Gambar 1.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

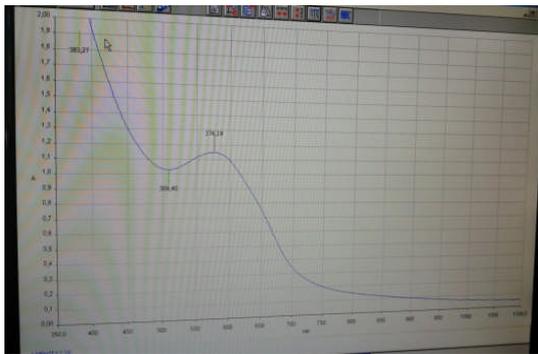
### Analisis Limbah Batik Warna Biru

Hasil analisis limbah batik warna biru dengan menggunakan *Fourier Transform - Infra Red (FT-IR)* ditunjukkan pada Gambar 2, sedangkan dengan Spektrofotometer *Ultra Violet-Visible (UV-Vis)* ditunjukkan pada Gambar 3.

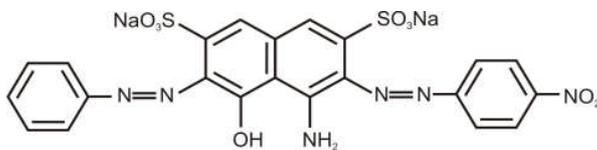
Pada Gambar 2 terlihat ada dua (2) puncak transmisi yaitu pada jumlah gelombang  $1500 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan puncak senyawa aromatik,  $\text{C}=\text{C}$ ; dan  $\text{C}=\text{O}$



Gambar 2. Spektrum FT-IR limbah batik warna biru Roro Djonggrang, Yogyakarta



Gambar 3. Spektrum UV-Vis limbah batik warna biru Roro Djonggrang, Yogyakarta

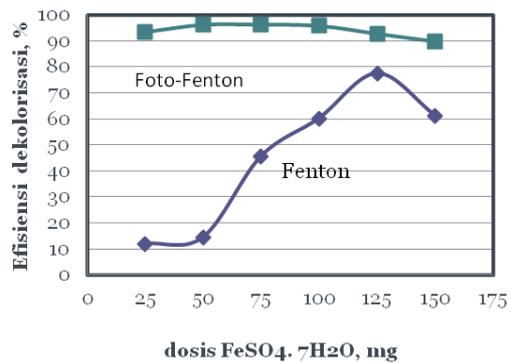
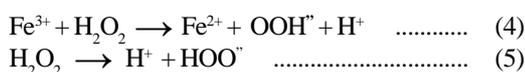


Gambar 4. Struktur naphthol blue black [3]

dan pada jumlah gelombang 3788  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan gugus O-H [8]. Hasil analisis menggunakan UV-Vis Lambda 25 Perkin Elmer yang ditunjukkan pada Gambar 3, adanya puncak pada panjang gelombang 576 nm. Dari kedua data tersebut dimungkinkan senyawa yang terkandung dalam limbah batik warna biru tersebut adalah senyawa aromatik yang mempunyai gugus OH, yaitu naphthol blue black. Hal ini sangat dimungkinkan karena senyawa Naphthol merupakan perwarna yang biasa digunakan pada proses pembuatan batik [1]. Struktur naphthol blue black ditunjukkan Gambar 4.

### Pengaruh pH Larutan

Pada proses degradasi senyawa organik pH larutan sangat menentukan, karena reaksi pembentukan radikal bebas dipengaruhi oleh pH larutan. Pembentukan ion Ferrous dan dekomposisi  $\text{H}_2\text{O}_2$  akan terjadi pada kondisi asam, seperti yang tertulis pada reaksi sesuai Persamaan (4) dan Persamaan (5).



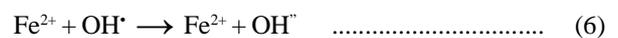
Gambar 5. Pengaruh penambahan jumlah  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  terhadap efisiensi dekolorisasi warna biru limbah batik dengan metode Fenton dan Foto-Fenton. Volume larutan limbah = 50 mL, waktu kontak = 15 menit, jumlah  $\text{H}_2\text{O}_2$  = 25  $\mu\text{L}$  dan pH larutan = 3,0.

Percobaan pengaruh pH larutan umpan terhadap efisiensi penghilangan warna merujuk percobaan sebelumnya yaitu percobaan degradasi senyawa organik *methylene blue* dengan metoda Fenton [4], yang menyatakan bahwa penghilangan warna dengan metode Fenton terjadi pada pH asam yaitu sekitar 2,0 hingga 4,0. Pada suasana pH netral atau basa reaksi dekomposisi  $\text{H}_2\text{O}_2$  seperti yang ditunjukkan pada reaksi 2 akan berjalan ke kiri, sehingga pembentukan radikal bebas hidroksil tidak terjadi atau berkurang [5]. Percobaan dekolorisasi warna limbah batik pada penelitian ini ditetapkan pada pH 3,0 [4].

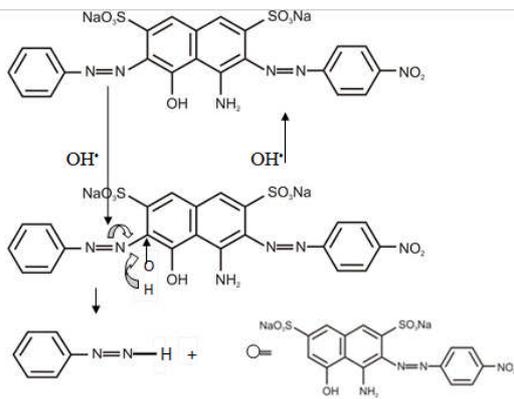
### Pengaruh Jumlah $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Penggunaan reagent Fenton sebagai katalisator keberhasilan dekolorisasi warna pada proses Fenton dan Foto Fenton. Proses penghilangan warna biru dari *methylene blue* dengan reagen fenton  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  [4]. Penambahan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  yang tepat akan memberikan efisiensi dekolorisasi warna yang efektif. Pengaruh jumlah  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  terhadap efisiensi dekolorisasi warna biru limbah batik secara Fenton dan Foto Fenton ditunjukkan pada Gambar 5.

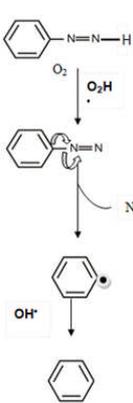
Pada Gambar 5 menunjukkan hubungan jumlah  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  terhadap efisiensi dekolorisasi warna. Pada awal percobaan penambahan jumlah  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  pada proses Fenton dan Foto-Fenton akan menaikkan efisiensi dekolorisasi warna, akan tetapi setelah mencapai titik optimal penambahan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  tidak lagi menaikkan, artinya efisiensi dekolorisasi akan tetapi terjadi sebaliknya yaitu menurun. Hal ini terjadi karena ion  $\text{Fe}^{2+}$  yang berlebih akan bereaksi dengan radikal hidroksil yang terbentuk pada reaksi (1) sesuai Persamaan (4) dan Persamaan (6), membentuk ion Ferri dan  $\text{OH}^{\cdot}$  mengikuti reaksi seperti Persamaan (6).



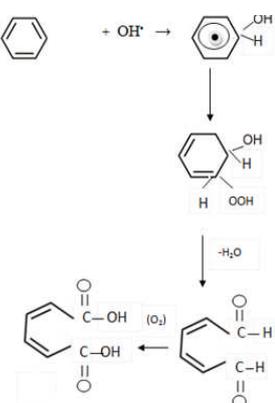
Reaksi tahap 1



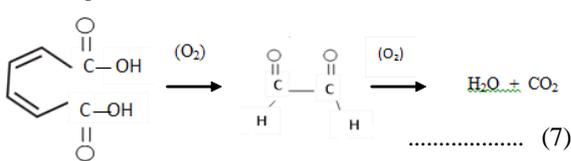
Reaksi tahap 2



Reaksi tahap 3



Reaksi tahap 4

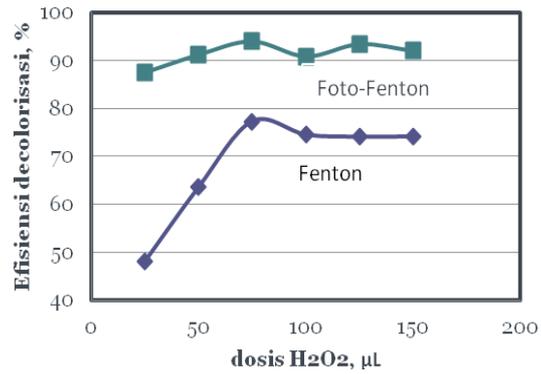


Dengan demikian pembentukan radikal bebas akan berkurang, yang mengakibatkan efisiensi dekolourisasi warna berkurang atau rendah [5]. Reaksi degradasi senyawa *Naphthol blue black* oleh radikal bebas terjadi secara bertahap, tahap pertama reaksi degradasi *naphthol* menjadi senyawa benzen, dan tahap kedua reaksi degradasi benzen oleh radikal bebas menjadi  $CO_2$ . Reaksi degradasi senyawa *naphthol blue black* tersebut dapat dituliskan pada Persamaan (7).

**Pengaruh Dosis  $H_2O_2$**

Jumlah penggunaan  $H_2O_2$  pada proses dekolourisasi warna dengan metoda Fenton dan Foto-Fenton akan mempengaruhi efisiensi dekolourisasi, pengaruh tersebut ditunjukkan pada Gambar 6.

Pada awalnya penambahan  $H_2O_2$  akan menaikkan efektifitas dekolourisasi warna, akan tetapi setelah mencapai jumlah kesetimbangan, kelebihan  $H_2O_2$  tidak akan menaikkan efisiensi penghilangan warna, bahkan terjadi sedikit penurunan terutama pada proses Fenton.



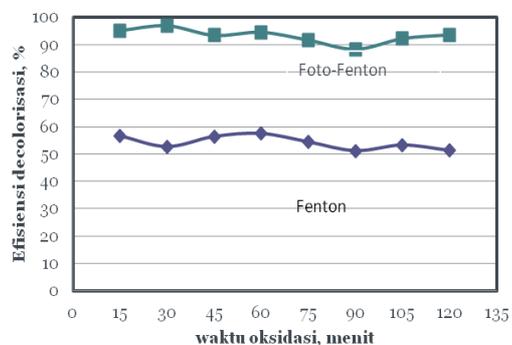
Gambar 6. Pengaruh penambahan jumlah  $H_2O_2$  terhadap efisiensi dekolourisasi warna biru limbah batik dengan metode Fenton dan Foto Fenton. Volume limbah = 50 mL, waktu kontak = 15 menit, jumlah  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  = 125 mg dan pH larutan = 3,0.

Kesetimbangan pada proses Fenton tercapai, penambahan  $H_2O_2$  tidak lagi menaikkan atau menurunkan efisiensi penghilangan warna seperti yang terjadi pada percobaan ini. Penurunan tersebut dimungkinkan karena penggunaan katalisator  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  dan oksidator  $H_2O_2$  berlebih yang akan menambah jumlah endapan ferri hidroksida yang terbentuk pada proses Fenton yang mengakibatkan pembentukan radikal bebas hidroksil terganggu sehingga efisiensi penghilangan warna berkurang [4,5]. Kesetimbangan pada proses ini terjadi pada penambahan 75 mg/50 mL limbah, baik pada proses Fenton dan Foto Fenton.

**Pengaruh Waktu Kontak**

Waktu oksidasi akan mempengaruhi efisiensi penghilangan warna, pada proses Fenton dan Foto Fenton menunjukkan bahwa semakin lama waktu kontak semakin tinggi efisiensi yang dihasilkan (ditunjukkan pada Gambar 7).

Pada gGambar 7 terlihat jelas bahwa, pada kondisi percobaan yang dilakukan yaitu volume larutan limbah = 50 mL, jumlah  $H_2O_2$  125 µL, jumlah  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  = 125 mg dan pH larutan = 3,0 menunjukkan bahwa pengaruh



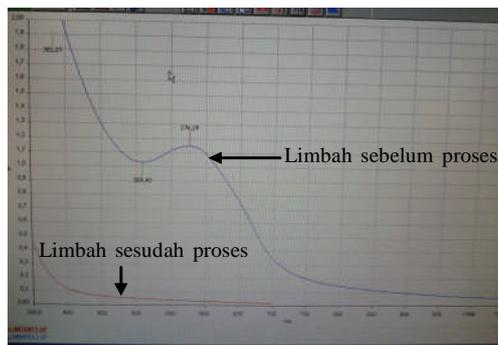
Gambar 7. Pengaruh waktu kontak terhadap efisiensi penghilangan warna biru limbah batik dengan metode Fenton dan Foto Fenton. Volume larutan limbah = 50 mL, jumlah  $H_2O_2$  = 125 µL, jumlah  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  = 125 mg dan pH larutan = 3,0.

Tabel 1. Efisiensi warna variasi reagent Fenton.

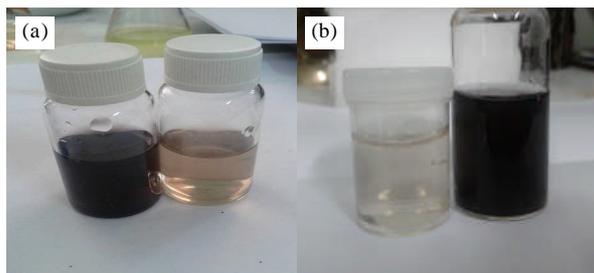
No.	Proses	Jumlah FeSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O (g)	Jumlah H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (μL)	Waktu Oksidasi (menit)	Efisiensi penghilangan warna (%)
1.	Fenton	125	125	15	57,5
		25	25	15	77,5
2.	Foto Fenton	125	125	15	95,5
		25	25	15	98,5

waktu pengadukan tidak terlihat dengan jelas dari lama pengadukan 15 menit hingga 120 menit baik pada proses Fenton dan Foto-Fenton. Hasil ini tidak sama dengan percobaan yang dilakukan peneliti sebelumnya [6], yang menunjukkan bahwa dengan menaikkan waktu akan menaikkan efisiensi penghilangan warna, meskipun setelah mencapai titik kesetimbangan menaikkan waktu oksidasi tidak menambah efisiensi penghilangan warna. Perbedaan hasil ini dimungkinkan karena jumlah reagent Fenton yang digunakan pada percobaan yang dilakukan berlebihan, sehingga proses pembentukan radikal bebas hidroksil terganggu. Untuk membuktikan hal tersebut dilakukan percobaan dengan penggunaan reagent Fenton baik itu katalisator (FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O) dan oksidator (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) dikurangi jumlahnya, hasil percobaan ditunjukkan pada Tabel 1.

Pada Tabel 1, terlihat jelas bahwa pada waktu oksidasi yang sama, jumlah reagen fenton yang lebih besar tidak selalu memberikan efisiensi dekolourisasi warna yang lebih tinggi. Hal ini disebabkan karena konsentrasi warna, jumlah katalisator dan oksidator saling berkaitan dan yang perlu diingat jumlah katalisator yang berlebihan efisiensi penghilangan warna pada



Gambar 8. Spektrum limbah sebelum dan sesudah proses Foto Fenton.



Gambar 9. Foto limbah sebelum dan sesudah proses, (a). Fenton dan (b). Foto Fenton

proses Fenton (klasik) menurun seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.

Dari hasil percobaan menunjukkan bahwa proses Foto Fenton lebih efektif dibanding proses Fenton. Hasil tersebut sesuai penelitian sebelumnya, yang menyatakan bahwa dengan adanya penerangan lampu UV akan meningkatkan dekomposisi senyawa organik secara signifikan [7].

Secara Spektrum UV-VIS dan foto visual limbah batik warna biru sebelum dan sesudah proses dekolourisasi ditunjukkan pada Gambar 8 dan Gambar 9.

## KESIMPULAN

Dari percobaan dekolourisasi limbah industri dengan metode Fenton dan Foto Fenton menggunakan reagen FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O dapat disimpulkan bahwa metode Foto Fenton merupakan metode yang tepat untuk pengolahan limbah industri batik, karena efisiensi penghilangan warna bisa mendekati 100 % dan waktu yang diperlukan relatif singkat. Meskipun demikian metode ini akan tetap dikembangkan dengan penggunaan bahan katalisator yang tidak menimbulkan endapan sehingga mengurangi proses pemisahan endapan dan penggunaan bahan katalisator yang bersifat magnet untuk mempermudah pengambilan kembali katalisator yang telah digunakan dan dapat katalisator dipakai ulang.

## DAFTAR ACUAN

- [1]. SAFNI, UMIATILUKMAN, FITRA FEBRIANTI, MAIZATISNA dan TADAO SAKAI, *J.Ris.Kim.*, **1**(2) (2008)
- [2]. YAO-HUI HUANG, HSIAO-TING SU, LI-WAY LIN, *Journal of Enviromental Science*, **21** (2009) 35-40
- [3]. SAFNI, MAIZATISNA, ZULFARMAN dan TADAO SAKAI, *J.Ris.Kim.*, **1**(1) (2007)
- [4]. SITI WARDIYATI, Degradasi Senyawa Organik Menggunakan Metoda fenton, Prosiding Seminar Nasional XV Kimia Dalam Pembangunan di Hotel Phoenix Yogyakarta, (2012)
- [5]. BARBUSINSKI, K, J. MAJEWSKI, *Polish Journal of Enviromental Studies*, **12** (32) (2003) 151-155
- [6]. ABDULLAH YASAR, NASIR ACHMAD, AMIR AMANAT ALI KHAN, HAJIARA KHAN and MEHWISH KHALID, *Journal of Apllied Science*, **7**(16) (2007) 2339-2344
- [7]. KIM C G, SEO H J, LEE B R, *Journal of Enviromental Science and Health Part A, Toxic/ Hazardous Substances and Enviromental Enggineering*, **41**(4) (2006) 881-886
- [8]. ROBERT M. SILVESTEIN, FRANCIS L. WEBSTER, DAUID J. KIENFE, *Spectrometric Identification of Organic Coumpounds*, 7<sup>th</sup> Edition, John Wiley and Sons Inc., (2005)