

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian Efektivitas Waktu Kontak Karbon Aktif *Subgrade* Teh hitam (*Camelia sinennis*) dalam Mereduksi Logam Cr (*Chromium*) Pada Limbah Cair Industri Penyamakan Kulit dilaksanakan di Laboratorium Teknik Sumber Daya Alam dan Lingkungan (TSAL) Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Brawijaya berada dikoordinat 7°57'10.9"S 112°36'55.1"T. Pengambilan sampel limbah cair penyamakan kulit dilakukan di PT. Nasional Djawa Kulit Singosari Malang berada dikoordinat 7°53'32.8"S 112°40'01.3"T, Pengujian sampe kadar logam Cr dilakukan di Laboratorium Matematika dan Ilmu Alam Universitas Brawijaya. Penelitian dilaksanakan pada bulan Juli 2017 sampai bulan September 2017.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain

:

1. Oven : Untuk mengurangi kandungan air dalam *subgrade* teh
2. *Disk Mill* : Untuk menghaluskan *subgrade* teh.
3. Ayakan 100 mesh : Untuk menyaring *subgrade* the hitam yang sudah dihaluskan.
4. Gelas ukur : Untuk mengukur volume air limbah yang akan digunakan.
5. Jurigen : Sebagai wadah pengambilan sampel air limbah.
6. Timbangan digital : Untuk menimbang berat dari karbon aktif.
7. Botol 1000 mL : Untuk wadah perlakuan adsorpsi.
8. Botol sampel : Untuk menampung sampel hasil Setiap perlakuan.
9. Kertas label : Untuk memberi label setiap

- | | |
|-------------------------|--|
| | perlakuan. |
| 10. <i>Bulp pipette</i> | : Untuk mengambil air limbah dari botol 1 liter. |
| 11. pH meter | : Untuk mengukur pH setiap hasil perlakuan |
| 12. Termometer | : Untuk mengukur suhu setiap hasil perakuan. |
| 13. Desikator | : Untuk mendinginkan sampel arang aktif. |
| 14. <i>Stopwatch</i> | : Untuk pengukuran waktu saat proses adsorpsi. |

3.2.2 Bahan

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain :

- | | |
|--------------------------------|------------------------------------|
| 1. <i>Subgrade</i> teh hitam | : Sebagai bahan dasar karbon aktif |
| 2. Air limbah penyamakan kulit | : Sebagai bahan perlakuan |
| 3. <i>Aquades</i> | : Sebagai pencuci sampel arang |
| 4. Larutan HCl 1M | : Sebagai aktivator arang |

3.3 Metode Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian adalah metode eksperimental laboratorik yaitu percobaan dengan skala laboratorium. Penelitian mengamati efektivitas waktu kontak karbon aktif *subgrade* teh dengan limbah cair penyamakan kulit Selain itu, dalam penelitian juga menggunakan metode *grab sample* atau sampel sesaat dalam mengambil sampel air limbah yang akan digunakan sebagai bahan perlakuan. Penelitian ini menggunakan rancangan acak lengkap (RAL) dua faktorial dengan 3 perlakuan yaitu proses kimia, proses fisika, proses campuran kimia fisika dan 4 macam lama waktu kontak pada masing – masing perlakuan. Percobaan dilakukan dengan masing masing perlakuan proses kimia dan proses fisika serta lama waktu kontak yang berbeda yaitu 30,60,90,dan 120 menit. Percobaan 1 yaitu menggunakan arang aktif kimia dengan lama

waktu kontak 30 menit. Percobaan 2 yaitu menggunakan arang aktif kimia dengan lama waktu kontak 60 menit. Percobaan 3 yaitu menggunakan arang aktif kimia dengan lama waktu kontak 90 menit. Percobaan 4 yaitu menggunakan arang aktif kimia dengan lama waktu kontak 120 menit. Percobaan 5 yaitu menggunakan arang aktif fisika dengan lama waktu kontak 30 menit. Percobaan 6 yaitu menggunakan arang aktif fisika dengan lama waktu kontak 60 menit. Percobaan 7 yaitu menggunakan arang aktif fisika dengan lama waktu kontak 90 menit. Percobaan 8 yaitu menggunakan arang aktif fisika dengan lama waktu kontak 120 menit. Percobaan 9 yaitu menggunakan arang aktif kimia fisika dengan lama waktu kontak 30 menit. Percobaan 10 yaitu menggunakan arang aktif kimia fisika dengan lama waktu kontak 60 menit. Percobaan 11 yaitu menggunakan arang aktif kimia fisika dengan lama waktu kontak 90 menit. Percobaan 12 yaitu menggunakan arang aktif kimia fisika dengan lama waktu kontak 120 menit. Perlakuan tersebut dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada **Tabel 3.1** untuk kombinasi setiap perlakuan.

Tabel 3.1 Kombinasi perlakuan dengan Rancangan Acak Lengkap

Waktu Perlakuan	T₁	T₂	T₃	T₄
A₀	A ₀ T ₁	A ₀ T ₂	A ₀ T ₃	A ₀ T ₄
A₁	A ₁ T ₁	A ₁ T ₂	A ₁ T ₃	A ₁ T ₄
A₂	A ₂ T ₁	A ₂ T ₂	A ₂ T ₃	A ₂ T ₄
A₃	A ₃ T ₁	A ₃ T ₂	A ₃ T ₃	A ₃ T ₄

Keterangan :

- A₀ : Kontrol
- A₁ : Aktivasi Kimia
- A₂ : Aktivasi Fisika
- A₃ : Aktivasi Campuran Kimia dan Fisika
- T₁ : Waktu Kontak 30 menit

- T₂ : Waktu Kontak 60 menit
T₃ : Waktu Kontak 90 menit
T₄ : Waktu Kontak 120 menit

3.4 Pelaksanaan Penelitian

3.4.1 Pengadaan Bahan

Limbah *subgrade* teh hitam yang digunakan dalam pembuatan arang aktif diambil dari PT. Perkebunan Nusantara (PTPN) XII Lumajang. Banyaknya *subgrade* teh yang digunakan dalam penelitian adalah sebanyak 1243,102 gram kemudian diproses menjadi arang aktif *subgrade* teh sebanyak 308,846 gram. Kebutuhan adsorpsi logam Cr sebanyak 216 gram dengan rincian per perlakuan membutuhkan karbon aktif sebanyak 72 gram pada perlakuan kimia, 72 gram pada perlakuan fisika, dan 72 pada perlakuan campuran. Bahan limbah *subgrade* teh hitam pada tahap persiapan dikering anginkan terlebih dahulu dibawah panas sinar matahari secara langsung. Proses pengeringan dilakukan untuk mengurangi kadar air yang terkandung dalam limbah *subgrade* teh hitam. Bahan lain yang disiapkan adalah larutan HCl 1M dan *aquadest* sebagai aktivator arang aktif.

3.4.2 Proses Pengarangan

Bahan *subgrade* teh hitam yang sudah dikeringkan dimasukkan kedalam alat pemanas dan dioven selama 24 jam pada suhu 105°C. Hasil dari arang tersebut dikeluarkan dari alat pemanas dan dimasukkan kedalam desikator selama 1 jam. Proses dilakukan agar kadar air pada arang benar-benar hilang.

3.4.3 Pembuatan Arang Aktif

Subgrade teh yang sudah tidak mengandung kadar air kemudian dilakukan proses pirolisis selama 2 jam lalu didiamkan hingga arang benar-benar dingin.

Pembuatan arang aktif dilakukan dengan 2 cara yaitu :

A. Proses Kimia

Setelah dipirolisis selama 2 jam dan didiamkan hingga dingin maka *subgrade* teh telah berubah menjadi arang. Aktivasi arang dengan perlakuan kimia yaitu dengan cara arang

direndam dengan larutan HCl 1M selama 24 jam. Kemudian setelah direndam arang dikering anginkan hingga kering setelah itu dipanaskan menggunakan *furnace* dengan suhu 600°C selama 1 jam kemudian arang didinginkan menggunakan desikator selama 30 menit dan arang aktif siap untuk proses pengayakan.

B. Proses Fisika

Subgrade teh yang telah dipirolisis kemudian dicuci dengan menggunakan aquades, lalu diaktivasi dengan menggunakan *furnace* pada suhu 800°C selama 2 jam. Setelah dilakukan aktivasi arang didinginkan menggunakan desikator selama 30 menit dan arang aktif siap untuk proses pengayakan.

3.4.4 Pengayakan Arang

Arang yang telah dihasilkan dari proses pengarangan dan Pembuatan arang aktif dihaluskan dengan menggunakan *diskmill*. Setelah dihaluskan *subgrade* teh hitam kemudian dilakukan pengayakan dengan menggunakan ayakan 100 mesh. Arang yang lolos dari ayakan dengan ukuran 100 mesh tersebut yang akan digunakan untuk proses adsorpsi.

1.4.5 Identifikasi Karakteristik Arang Aktif

Arang aktif dianalisa untuk mengetahui karakterisasi dengan mencari nilai rendemen, kadar air, kadar abu, kadar zat terbang dan kadar karbon sebagai berikut.

1. Rendemen

Penetapan rendemen arang aktif dilakukan dengan menghitung perbandingan berat karbon aktif yang dihasilkan dengan berat bahan baku yang digunakan. Rendemen dihitung bersarakan rumus sebagai berikut.

$$\%Rendemen = \frac{\text{Berat Arang Aktif}}{\text{Berat Bahan}} \times 100\% \quad (3.1)$$

2. Kadar Air

Arang aktif sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam cawan yang telah diketahui beratnya, kemudian dimasukkan ke dalam oven pada suhu 110°C selama 3 jam. selanjutnya didinginkan dalam desikator dan ditimbang. Kadar air dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut.

$$Kadar\ air(\%) = \frac{Berat\ Awal - Berat\ Akhir}{Berat\ Awal} \times 100\% \quad (3.2)$$

3. Kadar Abu (*Ash Content*)

Sebanyak 1 gram arang aktif di masukan ke dalam cawan yang telah diketahui beratnya. Kemudian dimasukkan ke dalam furnace dan dibakar pada suhu 650°C selama 2 jam. setelah itu didinginkan di dalam desikator dan ditimbang. Kadar abu dapat dihitung dengan rumus berikut.

$$Kadar\ abu(\%) = \frac{Berat\ Abu}{Berat\ Arang\ Aktif} \times 100\% \quad (3.3)$$

4. Kadar Zat Terbang (*Volatile Matter*)

Karbon aktif sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam cawan yang telah diketahui beratnya. Kemudian dimasukkan ke dalam furnace dan dibakar pada suhu 900°C selama 7 menit. Setelah dimasukkan ke dalam oven pada suhu 105°C selama 10 menit. Selanjutnya didinginkan dalam desikator selama 30 menit, kemudian di timbang. Kadar zat terbang dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut.

$$Kadar\ Zat\ Terbang(\%) = \frac{Berat\ Awal - Berat\ Akhir}{Berat\ Akhir} \times 100\% \quad (3.4)$$

3.4.6 Proses Adsorpsi

Arang aktif dilakukan penimbangan sebanyak 6 gram dan dimasukkan ke dalam tabung erlenmayer yang berisi larutan limbah penyamakan kulit sebanyak 500 mL. Tabung erlenmayer yang berisi air limbah penyamakan kulit dan arang aktif *subgrade* teh hitam dihomogenkan dan didiamkan selama 30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit. Setelah proses adsorpsi air limbah diambil dan dilakukan uji konsentrasi *Chromium* (Cr).

3.5 Analisa Data

Analisis statistik menggunakan ANOVA (*Analysis of Variance*) dengan Rancangan Acak Lengkap Faktorial sehingga diperoleh kombinasi perlakuan adsorpsi seperti pada **Tabel 3.2**.

Tabel 3.2 Kombinasi dan Pengulangan Perlakuan Adsorpsi dengan RAL Faktorial

Proses Aktivasi	Waktu Kontak	Pengulangan		
		1	2	3
A ₀	T ₁	A ₀ T ₁ 1	A ₀ T ₁ 2	A ₀ T ₁ 3
	T ₂	A ₀ T ₂ 1	A ₀ T ₂ 2	A ₀ T ₂ 3
	T ₃	A ₀ T ₃ 1	A ₀ T ₃ 2	A ₀ T ₃ 3
	T ₄	A ₀ T ₄ 1	A ₀ T ₄ 2	A ₀ T ₄ 3
A ₁	T ₁	A ₁ T ₁ 1	A ₁ T ₁ 2	A ₁ T ₁ 3
	T ₂	A ₁ T ₂ 1	A ₁ T ₂ 2	A ₁ T ₂ 3
	T ₃	A ₁ T ₃ 1	A ₁ T ₃ 2	A ₁ T ₃ 3
	T ₄	A ₁ T ₄ 1	A ₁ T ₄ 2	A ₁ T ₄ 3
A ₂	T ₁	A ₂ T ₁ 1	A ₂ T ₁ 2	A ₂ T ₁ 3
	T ₂	A ₂ T ₂ 1	A ₂ T ₂ 2	A ₂ T ₂ 3
	T ₃	A ₂ T ₃ 1	A ₂ T ₃ 2	A ₂ T ₃ 3
	T ₄	A ₂ T ₄ 1	A ₂ T ₄ 2	A ₂ T ₄ 3
A ₃	T ₁	A ₃ T ₁ 1	A ₃ T ₁ 2	A ₃ T ₁ 3
	T ₂	A ₃ T ₂ 1	A ₃ T ₂ 2	A ₃ T ₂ 3
	T ₃	A ₃ T ₃ 1	A ₃ T ₃ 2	A ₃ T ₃ 3
	T ₄	A ₃ T ₄ 1	A ₃ T ₄ 2	A ₃ T ₄ 3

Keterangan:

A₀ = Kontrol

A₁ = Arang aktif kimia

A₂ = Arang aktif fisika

A₃ = Arang aktif kimia dan fisika

T₁ = Waktu 30 menit

T₂ = Waktu 60 menit

T₃ = Waktu 90 menit

T₄ = Waktu 120 menit

Data pengamatan dengan rancangan acak lengkap akan digunakan dalam perhitungan-perhitungan sebagai berikut:

(1) Model RAL:

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + (\alpha\beta)_{ij} + \varepsilon_{ijk}$$

$i = 1, 2, \dots, a; j = 1, 2, \dots, b; k = 1, 2, \dots, r$

Keterangan:

Y_{ijk} = pengamatan pada satuan percobaan ke- k yang memperoleh kombinasi perlakuan taraf ke- i dari faktor A dan taraf ke- j dari faktor B

μ = mean populasi

α_i = pengaruh taraf ke- i dari faktor A

β_j = pengaruh taraf ke- j dari faktor B

$(\alpha\beta)_{ij}$ = pengaruh taraf ke- i dari faktor A dan taraf ke- j dari faktor B

ε_{ijk} = pengaruh acak dari satuan percobaan ke- k

(2) Hipotesis yang diuji:

a. Pengaruh Interaksi AxB

H_0 : $(\alpha\beta)_{ij} = 0$ (tidak ada pengaruh interaksi terhadap respon yang diamati)

H_1 : minimal ada sepasang (i,j) sehingga $(\alpha\beta)_{ij} \neq 0$ (ada pengaruh interaksi terhadap respon yang diamati)

b. Pengaruh Faktor A

H_0 : $\alpha_1 = \alpha_2 = \dots = \alpha_a = 0$ (tidak ada perbedaan respon diantara taraf faktor A yang dicobakan)

H_1 : minimal ada satu (i) sehingga $\alpha_i \neq 0$ (ada perbedaan respon di antara taraf faktor A yang dicobakan)

c. Pengaruh Faktor B

H_0 : $\beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_b = 0$ (tidak ada perbedaan respon diantara taraf faktor B yang dicobakan)

H_1 : minimal ada satu (j) sehingga $\beta_j \neq 0$ (ada perbedaan respon di antara taraf faktor B yang dicobakan)

(3) Tabel Sidik Ragam (ANOVA)

Tabel *Analysis Of Variance* (ANOVA) yang akan digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada **Tabel 3.2**.

Tabel 3.3 Sidik Ragam (ANOVA)

SK	db	JK	KT	Fhit	Ftab	
					5%	1%
Perlakuan	i,j-1	JKP	KTP			
.A	i-1	JKA	KTA	KTA/KTS	Db _a ,db _s	
.B	j-1	JKB	KTB	KTB/KTS	Db _a ,db _s	
.AB	(i-1)(j-1)	JKAB	KTAB	KTAB/KTS	Db _a ,db _s	
Sisa/ Galat		JKS/ JKG				
Total	i.j.k-1					

(4) Kriteria Uji:

Untuk menerima hipotesis tersebut digunakan kriteria uji:

$$F_{\text{Hitung}} = \frac{KT_{\text{Perlakuan}}}{KT_{\text{Galat}}} \text{ diibandingkan dengan } F_{\text{tabel}}^*$$

Jika, $F_{0,05} < F_{\text{hitung}} < F_{0,01}$, maka terima H_1 pada taraf nyata 5%

$$F_{\text{hitung}} < F_{0,05}, \text{ maka terima } H_0$$

(5) Analisa sidik ragam (ANOVA)

Data yang diperoleh akan dianalisis dengan tabel ANOVA (*Analysis Of Variance*) menggunakan Ms. Excel dengan tingkat signifikan nyata (*Alpha*) sebesar 5% dan 1%. Uji Statistik ANOVA digunakan untuk mengetahui pengaruh perlakuan yang berbeda. Uji ANOVA yang digunakan sebagai variabel bebas (*independent*) adalah aktivasi adsorben karbon aktif yaitu secara fisika (A1) dan kimia (A2) serta berbagai variasi waktu kontak karbon aktif *subgrade* teh hitam (*Camelia Sinensis*) yaitu T1 (karbon aktif dengan waktu kontak 30 menit), T2 (karbon aktif dengan waktu kontak 60 menit), T3 (karbon aktif dengan waktu kontak 90 menit) T4 (karbon aktif dengan waktu kontak 120 menit), sedangkan variabel terikat (*dependent*) adalah konsentrasi logam Cr (*Chromium*) yang teradsorpsi oleh karbon aktif dan variabel kontrol (*control*) adalah konsentrasi logam Cr (*Chromium*) dalam limbah cair sebelum diadsorpsi,

jumlah sampel, waktu adsorpsi, pH dan suhu. Apabila hasil uji ANOVA menghasilkan tingkat signifikan (p) kurang dari F_{tab} 5% berarti ada perbedaan perlakuan, jika sebaliknya maka akan dilanjutkan dengan perbandingan menggunakan F_{tab} 1%.

Proses waktu kontak dilakukan untuk menguji seberapa besar potensi arang aktif *subgrade* teh hitam dalam mereduksi logam *Chromium* (Cr) dalam sampel air limbah penyamakan kulit pada konsentrasi yang berbeda-beda. Selama penelitian dilakukan pengukuran kadar logam Cr yaitu selama 30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit. Pengukuran ini dilakukan untuk melihat seberapa besar penurunan kadar logam Cr pada air sampel yang diberi perlakuan. Penentuan persentase penurunan logam ditentukan dengan menghitung daya reduksi (DR) sesuai persamaan (Husain dan Irma, 2005):

$$DR = \frac{C(a)-C(b)}{C(a)} \times 100 \% \quad (3.5)$$

Keterangan :

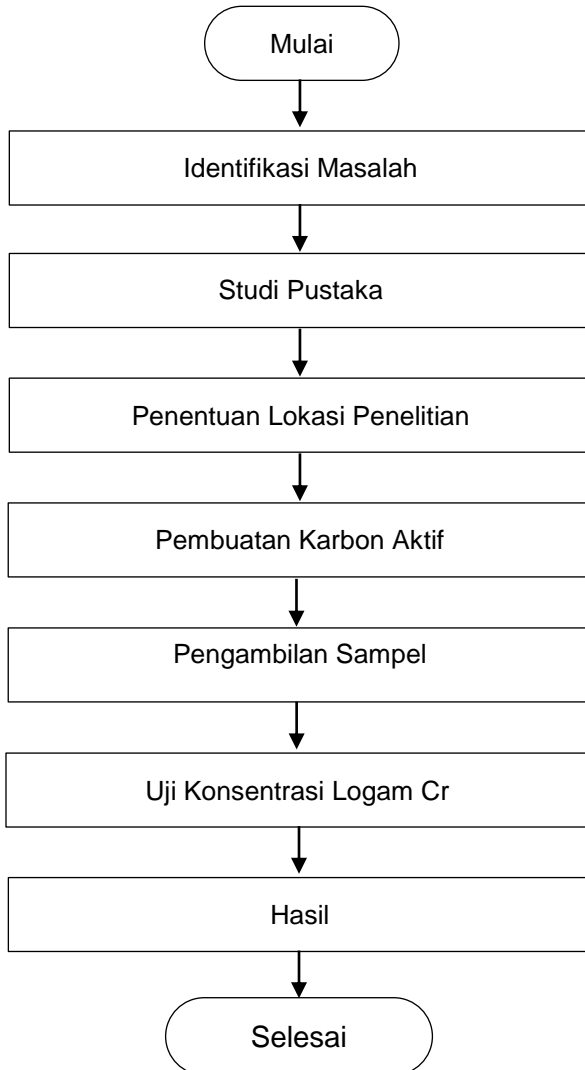
C(a) = Konsentrasi awal Cr (ppm)

C(b) = Konsentrasi akhir Cr (ppm)

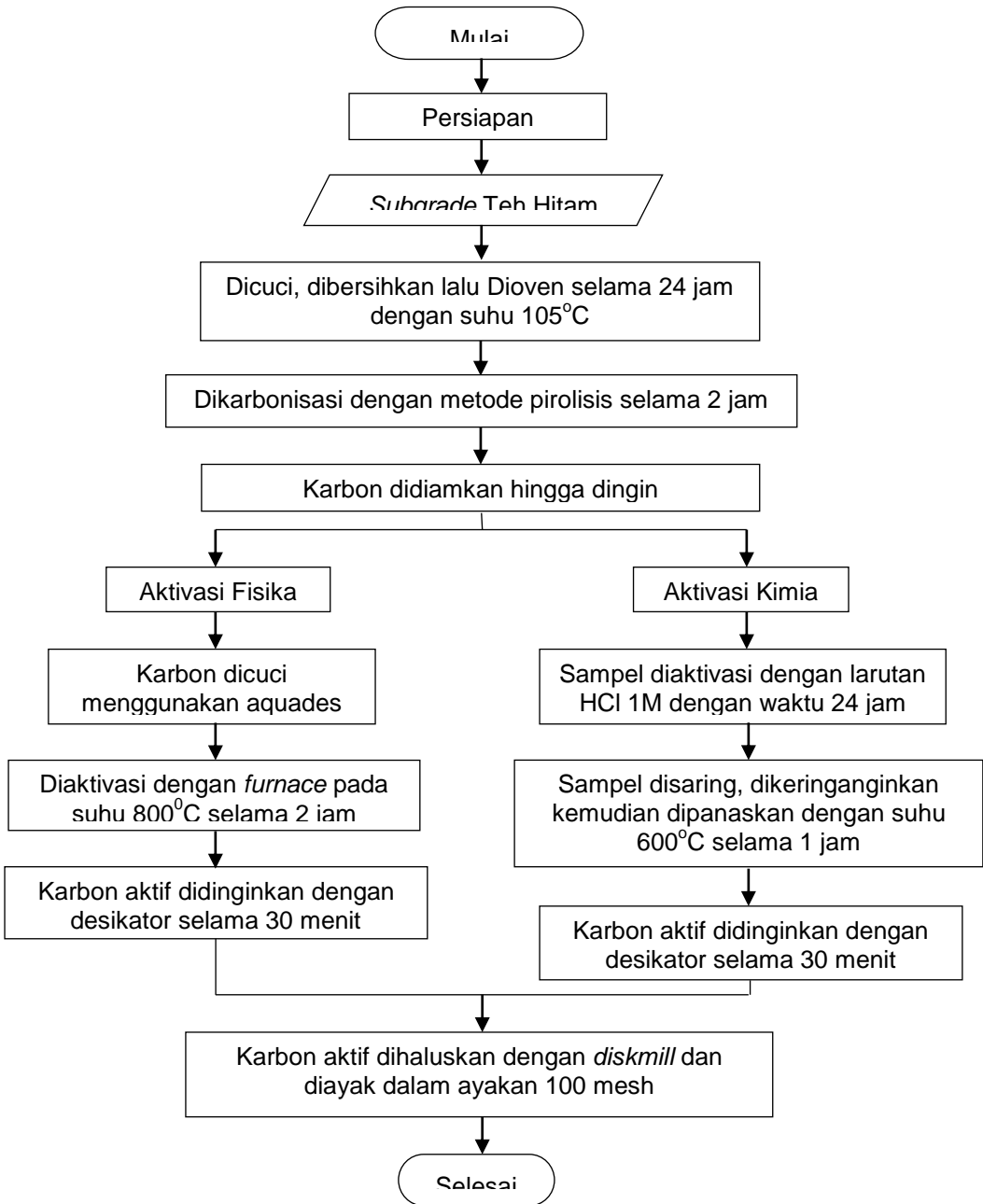
DR = Daya reduksi

3.6 Diagram Alir Penelitian

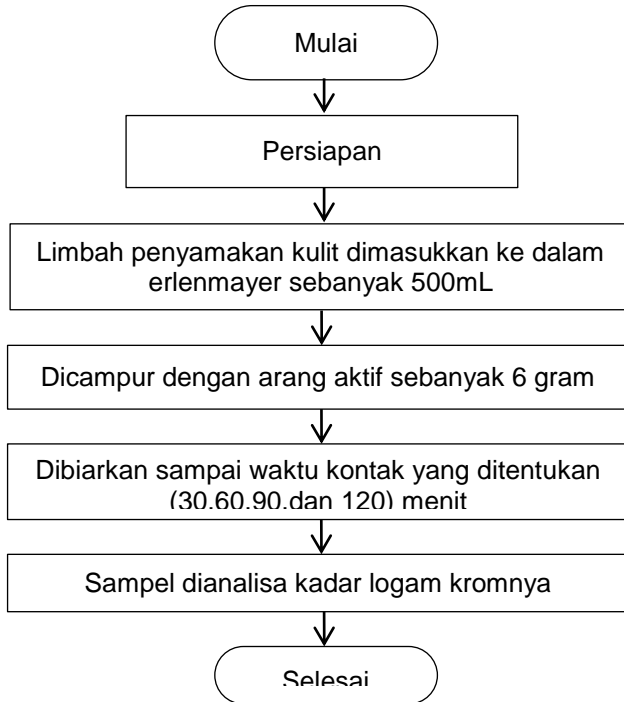
Penelitian dilakukan secara berurutan dari identifikasi masalah sampai dengan pengambilan keputusan. Penelitian dimulai dari pengambilan sampel air limbah industri penyamakan kulit, pengambilan limbah *subgrade* teh hitam, dan pengujian reduksi logam Cr oleh arang aktif. Pelaksanaan penelitian dilaksanakan secara runtut dengan langkah-langkah dapat dilihat pada diagram alir **Gambar 3.1**, **Gambar 3.2**, dan **Gambar 3.3**.



Gambar 3.1 Diagram Alir Tahapan Penelitian



Gambar 3.2 Diagram Alir Proses Pembuatan Karbon Aktif Teh Hitam



Gambar 3.3 Diagram Alir Waktu Kontak Karbon Aktif Teh Hitam