



**OPTIMASI PARAMETER ADSORPSI NO_3^- DAN NO_2^- DALAM LIMBAH CAIR
TAHU MENGGUNAKAN ARANG AKTIF TEMPURUNG KELAPA
DENGAN SISTEM DINAMIS**

SKRIPSI

Oleh

**SITI FATIMAH
NIM 081810301052**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER**

2015



**OPTIMASI PARAMETER ADSORPSI NO_3^- DAN NO_2^- DALAM LIMBAH CAIR
TAHU MENGGUNAKAN ARANG AKTIF TEMPURUNG KELAPA
DENGAN SISTEM DINAMIS**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

**SITI FATIMAH
NIM 081810301052**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER**

2015

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk :

1. Ayahanda Muslihat dan Ibunda Suryani tercinta yang selalu menyayangi, menjaga, memberikan ilmu, membimbing, dan mendo'akanku. Semoga Allah SWT senantiasa mencurahkan Rahmat dan Karunia-Nya baik di dunia maupun di akhirat;
2. kakak-kakakku tersayang yang selalu memberi perhatian dan dukungan materil dan moril;
3. adikku tersayang Yusi Fidyuning Margareta yang selalu memberi semangat, motivasi dan inspirasi;
4. Almamater Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTTO

Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antara kamu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat (terjemahan Surat *Al-Mujadalah* ayat 11)¹

Tidak ada kebaikan ibadah yang tidak ada ilmunya dan tidak ada kebaikan ilmu yang tidak difahami dan tidak ada kebaikan bacaan kalau tidak ada perhatian untuknya (Sayidina Ali R.A)²

¹ Departemen Agama Republik Indonesia. 2010. *Al-Qur'anul Karim : Terjemahan dan Tafsir per Kata*. Bandung: Sygma Publishing.

² Sayidina Ali R.A.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Siti Fatimah

NIM : 081810301052

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Optimasi Parameter Adsorpsi NO_3^- dan NO_2^- dalam Limbah Cair Tahu Menggunakan Arang Aktif Tempurung Kelapa dengan Sistem Dinamis” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang telah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi manapun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 2015

Yang menyatakan,

Siti Fatimah

NIM 081810301052

SKRIPSI

**OPTIMASI PARAMETER ADSORPSI NO_3^- DAN NO_2^- DALAM LIMBAH CAIR
TAHU MENGGUNAKAN ARANG AKTIF TEMPURUNG KELAPA
DENGAN SISTEM DINAMIS**

Oleh

SITI FATIMAH

NIM 081810301052

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Asnawati, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Novita Andarini, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Optimasi Parameter Adsorpsi NO_3^- Dan NO_2^- dalam Limbah Cair Tahu Menggunakan Arang Aktif Tempurung Kelapa dengan Sistem Dinamis” telah diuji pada:

hari tanggal :

tempat : Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Tim Penguji

Ketua,

Sekretaris

Asnawati, S.Si., M.Si.

NIP. 196808141999032001

Novita Andarini, S.Si., M.Si.

NIP. 197211122000032001

Penguji I,

Penguji II,

Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si.

NIP. 197107031997021001

Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D.

NIP. 196808141999032001

Mengesahkan,

Dekan Fakultas Matematika dan ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Jember,

Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D.

NIP. 196101081986021001

RINGKASAN

Optimasi Parameter Adsorpsi NO_3^- Dan NO_2^- dalam Limbah Cair Tahu Menggunakan Arang Aktif Tempurung Kelapa dengan Sistem Dinamis; Siti Fatimah; 081810301052; 2015; 43 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Proses produksi industri tahu menghasilkan limbah cair dan limbah padat. Limbah padat yang dihasilkan dapat digunakan sebagai pakan ternak sedangkan limbah cairnya dibuang ke badan air. Limbah cair industri tahu banyak mengandung senyawa organik berupa karbohidrat, lemak dan protein. Protein mengalami degradasi membentuk asam amino. Asam amino yang merupakan hasil dari perombakan protein akan dioksidasi menjadi amonia (NH_3) dan senyawa karboksil. Senyawa amonia (NH_3) akan dioksidasi lagi menjadi nitrit (NO_2^-), kemudian bila oksigen tersedia akan dioksidasi lagi menjadi nitrat (NO_3^-). Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 15 Tahun 2008 tentang Baku Mutu Air Limbah bagi Usaha dan/atau Kegiatan Pengolahan Kedelai menyatakan bahwa kadar maksimum nitrat dan nitrit dalam limbah cair 5 mg/L untuk nitrat (NO_3^-) dan 0,3 mg/L untuk nitrit (NO_2^-).

Metode adsorpsi dalam sistem dinamis menggunakan *fixed bed column* dapat digunakan untuk mengurangi kadar nitrat dan nitrit dalam limbah cair tahu yang dapat mencemari lingkungan. Adsorben yang digunakan yaitu arang aktif tempurung kelapa yang dikemas dalam kolom. Limbah cair tahu dialirkan ke dalam kolom yang telah berisi adsorben. Parameter adsorpsi meliputi massa adsorben (0,5-2,5 gram), ukuran partikel adsorben (50-70 mesh), pH larutan influen (5-9), serta laju alir influen (1-8 mL/menit).

Hasil Penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi awal nitrat dan nitrit dalam limbah cair tahu masing-masing sebesar 9,432 ppm dan 0,485 ppm, setelah diadsorpsi dengan arang aktif tempurung kelapa pada massa adsorben 2 gram, ukuran partikel adsorben 70 mesh, dan larutan influen pada pH 7 dengan laju alir influen 1 mL/menit maka konsentrasi nitrat dan nitrit masing-masing sebesar 0,825 ppm dan 0,125 ppm. Prosentase penurunan kadar nitrat dan nitrit masing-masing sebesar 91,25% dan 74,22%.



PRAKATA

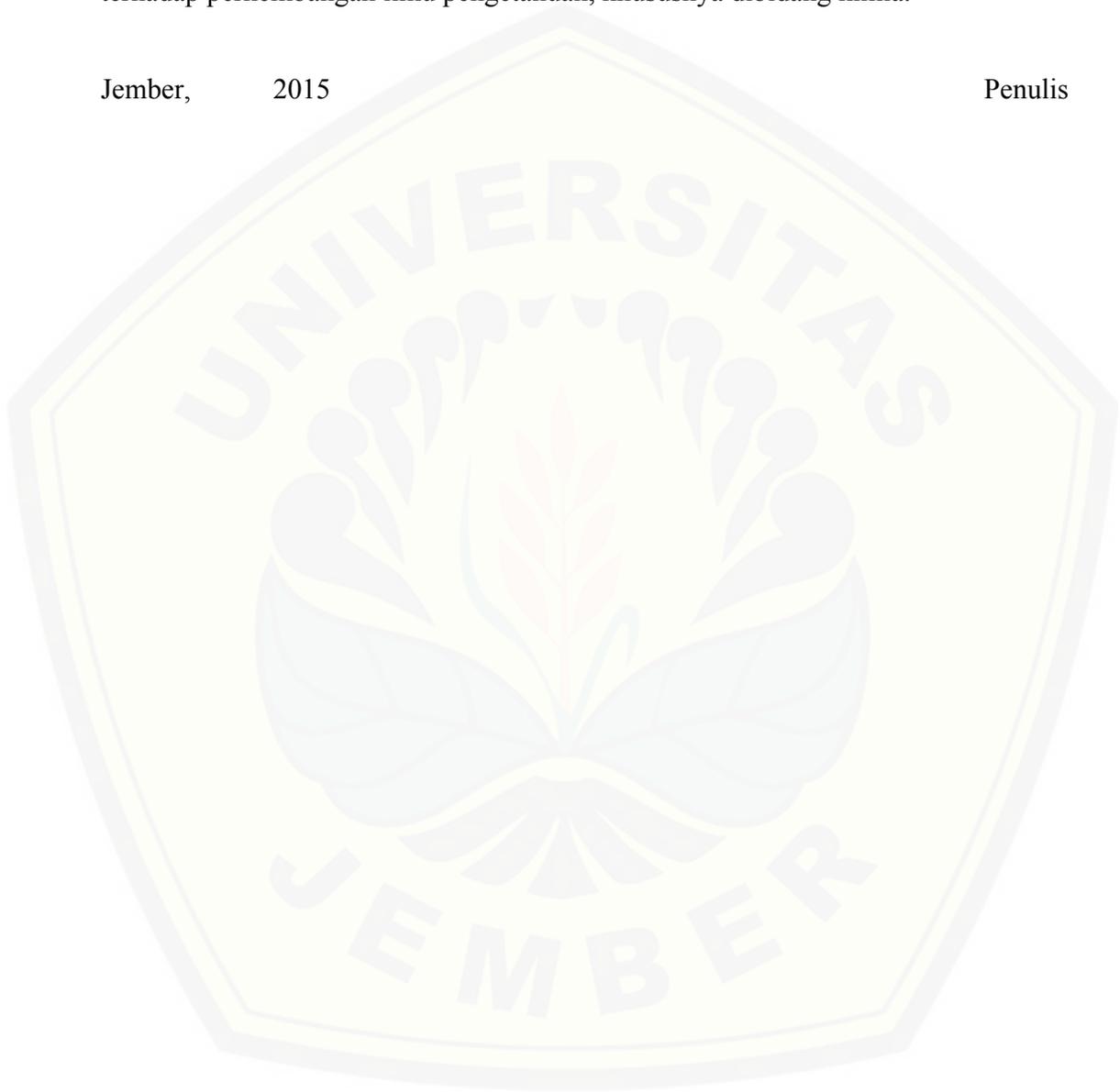
Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Optimasi Parameter Adsorpsi NO_3^- Dan NO_2^- dalam Limbah Cair Tahu Menggunakan Arang Aktif Tempurung Kelapa dengan Sistem Dinamis”. Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat dalam menyelesaikan pendidikan S1 Jurusan Matematika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Penyusunan skripsi ini, tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Prof. Drs. Kusno, DEA, Ph.D selaku Dekan Fakultas MIPA Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si, M.Si. selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember;
3. Ika Oktavianawati, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Akademik;
4. Asnawati, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Utama dan Novita Andarini, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Anggota;
5. Dr. Bambang Piluharto, S.Si, M.Si. selaku Dosen Penguji I dan Drs. Siswoyo, M.Si., Ph.D. selaku Dosen Penguji II;
6. Yusi Fidyning Margareta, Maimunah Noer Aini, S.Si., dan A'yunin Nur Azmi, S. Farm., Apt., yang telah memberikan motivasi, bantuan dan saran saat bertukar pikiran;
7. seluruh staf dosen, administrasi dan teknisi jurusan kimia;
8. teman-temanku (Devi, Tety, Dhea, Fendra, Fera, Onik, Yanuard, Yuyunk, Rista, mbak Ike, Vitri, Aida, Shisilia dan Suci) yang telah memberi semangat;
9. semua pihak yang telah banyak membantu dalam penyelesaian tugas akhir ini.

Segala bentuk kritik dan saran yang bersifat membangun diharapkan dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini dan semoga skripsi ini dapat bermanfaat terhadap perkembangan ilmu pengetahuan, khususnya dibidang kimia.

Jember, 2015

Penulis



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Proses Pembuatan Tahu	5
2.2 Karakteristik Limbah Cair Industri Tahu	6
2.3 Nitrat dan Nitrit	7
2.4 Arang Aktif	9
2.5 Arang Aktif Tempurung Kelapa	10

2.6 Adsorpsi	12
2.7 Sistem Dinamis (<i>Fixed Bed Column</i>)	13
2.8 Spektrofotometer UV-Vis	14
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	16
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	16
3.2 Alat dan Bahan	16
3.2.1 Alat	16
3.2.2 Bahan	16
3.3 Rancangan Penelitian	17
3.3.1 Diagram Penelitian	17
3.3.2 Desain Kolom Kerja	18
3.4 Preparasi Bahan	18
3.4.1 Sampling	18
3.4.2 Uji Kadar Nitrat (NO_3)	19
a. Larutan Brusin 2%	19
b. Larutan Induk NO_3 (1000 ppm)	19
c. Larutan Standar NO_3	19
3.4.3 Uji Kadar Nitrit (NO_2)	19
a. Larutan Sulfanilamida	19
b. Larutan N-1-Naftil Etilen Diamina Dihidroklorida	19
c. Larutan Induk NO_2 (1000 ppm)	20
d. Larutan Standar NO_2	20
3.4.4 Larutan Asam Sitrat	20
3.4.5 Larutan <i>Disodium Phosphate</i>	20
3.4.6 Larutan Asam Borat.....	20
3.4.7 Larutan Sodium Borat	21
3.4.8 Larutan Buffer pH 5 sampai 9	21
3.4.9 Arang Aktif Tempurung Kelapa sebagai Adsorben	21

3.5 Pembuatan Kolom	21
3.6 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	22
3.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum NO ₃	22
3.6.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum NO ₂	22
3.7 Penentuan Kurva Kalibrasi	22
3.7.1 Penentuan Kurva Kalibrasi NO ₃	22
3.7.2 Penentuan Kurva Kalibrasi NO ₂	23
3.7.3 Penentuan Kadar NO ₃	23
3.7.4 Penentuan Kadar NO ₂	23
3.8 Optimasi Parameter Adsorpsi	24
3.8.1 Penentuan Massa Adsorben Optimum	24
a. Penentuan Massa Adsorben Optimum NO ₃	24
b. Penentuan Massa Adsorben Optimum NO ₂	24
3.8.2 Penentuan Ukuran Partikel Adsorben Optimum	24
a. Penentuan Ukuran Partikel Adsorben Optimum NO ₃	24
b. Penentuan Ukuran Partikel Adsorben Optimum NO ₂	25
3.8.3 Penentuan pH Larutan Influen Optimum	25
a. Penentuan pH Larutan Influen Optimum NO ₃	25
b. Penentuan pH Larutan Influen Optimum NO ₂	26
3.8.4 Penentuan Laju Alir Influen Optimum	26
a. Penentuan Laju Alir Influen Optimum NO ₃	26
b. Penentuan Laju Alir Influen Optimum NO ₂	27
3.9 Perhitungan Penurunan Kadar NO₃ dan NO₂	27
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1 Analisis Nitrat dan Nitrit dalam Sampel	28
4.1.1 Penentuan Konsentrasi Nitrat dan Nitrit dalam Sampel	28
4.2 Optimasi Parameter Adsorpsi Nitrat dan Nitrit	29
4.2.1 Penentuan Massa Adsorben Optimum	29
4.2.2 Penentuan Ukuran Partikel Adsorben Optimum	31

4.2.3 Penentuan pH Larutan Influen Optimum	32
4.2.4 Penentuan Laju Alir Influen Optimum	34
4.3 Kurva Kalibrasi Nitrat dan Nitrit	35
4.3.1 Kurva Kalibrasi Nitrat	35
4.3.2 Kurva Kalibrasi Nitrit	36
4.4 Penurunan Kadar Nitrat dan Nitrit	37
BAB 5. PENUTUP	39
5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	40
LAMPIRAN	44

DAFTAR TABEL

	Halaman
4.1 Konsentrasi nitrat dan nitrit dalam limbah cair tahu	29
4.2 Penurunan kadar nitrat dan nitrit dalam sampel	38



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Struktur fisik arang aktif	9
2.2 Struktur kimia arang aktif	10
3.1 Skema set alat eksperimen menggunakan fixed bed column	18
4.1 Grafik hubungan antara massa adsorben dengan konsentrasi efluen, pada ukuran partikel 70 mesh, pH sampel 3,8 dan laju alir influen 6 mL/menit	30
4.2 Grafik hubungan antara ukuran partikel adsorben dengan konsentrasi efluen, pada massa adsorben optimum 2 gram, pH sampel 3,8 dan laju alir influen 6 mL/menit	31
4.3 Grafik hubungan antara pH larutan influen dengan konsentrasi efluen, pada massa adsorben optimum 2 gram, ukuran partikel optimum 70 mesh dan laju alir influen 6 mL/menit	33
4.4 Grafik hubungan antara laju alir influen dengan konsentrasi efluen, pada massa adsorben optimum 2 gram, ukuran partikel optimum 70 mesh dan pH larutan influen optimum pada pH 7	34
4.5 Kurva kalibrasi larutan standar nitrat pada panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) sebesar 410 nm	36
4.6 Kurva kalibrasi larutan standar nitrit pada panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) sebesar 540 nm	37

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Absorbansi Larutan Standar Nitrat (NO_3) pada Panjang Gelombang 350-500 nm	44
B. Absorbansi Larutan Standar Nitrit (NO_2) pada Panjang Gelombang 470-620 nm	45
C. Data dan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrat (NO_3)	46
1. Data dan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrat (NO_3) untuk Pengukuran Kadar Sampel Awal dan Proses Adsorpsi dengan Variasi Massa Adsorben	46
2. Data dan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrat (NO_3) untuk Pengukuran Kadar Sampel Awal dan Proses Adsorpsi dengan Variasi Ukuran Partikel Adsorben.....	47
3. Data dan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrat (NO_3) untuk Pengukuran Kadar Sampel Awal dan Proses Adsorpsi dengan Variasi pH Larutan Influen	48
4. Data dan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrat (NO_3) untuk Pengukuran Kadar Sampel Awal dan Proses Adsorpsi dengan Variasi Laju Alir Influen	49
5. Data dan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrat (NO_3) untuk Pengukuran Kadar Sampel Awal dan Penurunan Kadar Nitrat (NO_3)	50
D. Data dan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrit (NO_2)	51
1. Data dan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrit (NO_2) untuk Pengukuran Kadar Sampel Awal dan Proses Adsorpsi dengan Variasi Massa Adsorben	51

2. Data dan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrit (NO_2) untuk Pengukuran Kadar Sampel Awal dan Proses Adsorpsi dengan Variasi Ukuran Partikel Adsorben.....	52
3. Data dan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrit (NO_2) untuk Pengukuran Kadar Sampel Awal dan Proses Adsorpsi dengan Variasi pH Larutan Influen.....	53
4. Data dan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrit (NO_2) untuk Pengukuran Kadar Sampel Awal dan Proses Adsorpsi dengan Variasi Laju Alir Influen	54
5. Data dan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrit (NO_2) untuk Pengukuran Kadar Sampel Awal dan Penurunan Kadar Nitrit (NO_2)	55
E. Penentuan Konsentrasi Kadar Nitrat (NO_3)	56
1. Absorbansi dan Konsentrasi Kadar Nitrat (NO_3) setelah Proses Adsorpsi dengan Variasi Massa Adsorben.....	56
2. Absorbansi dan Konsentrasi Kadar Nitrat (NO_3) setelah Proses Adsorpsi dengan Massa Adsorben Optimum dan Variasi Ukuran Partikel Adsorben	58
3. Absorbansi dan Konsentrasi Kadar Nitrat (NO_3) setelah Proses Adsorpsi dengan Massa Adsorben Optimum, Variasi Ukuran Partikel Adsorben Optimum dan Variasi pH Larutan Influen	60
4. Absorbansi dan Konsentrasi Kadar Nitrat (NO_3) setelah Proses Adsorpsi dengan Massa Adsorben Optimum, Variasi Ukuran Partikel Adsorben Optimum, Variasi pH Larutan Influen Optimum dan Variasi Laju Alir Influen	62
5. Penurunan Kandungan Nitrat (NO_3) dalam Limbah Cair Tahu dengan Massa dan Ukuran Partikel Adsorben Optimum serta Variasi pH Larutan Influen dan Laju Alir Influen Optimum	64

F. Penentuan Konsentrasi Kadar Nitrit (NO_2)	65
1. Absorbansi dan Konsentrasi Kadar Nitrit (NO_2) setelah Proses Adsorpsi dengan Variasi Massa Adsorben.....	65
2. Absorbansi dan Konsentrasi Kadar Nitrit (NO_2) setelah Proses Adsorpsi dengan Massa Adsorben Optimum dan Variasi Ukuran Partikel Adsorben	67
3. Absorbansi dan Konsentrasi Kadar Nitrit (NO_2) setelah Proses Adsorpsi dengan Massa Adsorben Optimum, Variasi Ukuran Partikel Adsorben Optimum dan Variasi pH Larutan Influen	69
4. Absorbansi dan Konsentrasi Kadar Nitrit (NO_2) setelah Proses Adsorpsi dengan Massa Adsorben Optimum, Variasi Ukuran Partikel Adsorben Optimum, Variasi pH Larutan Influen Optimum dan Variasi Laju Alir Influen	71
5. Penurunan Kandungan Nitrit (NO_2) dalam Limbah Cair Tahu dengan Massa dan Ukuran Partikel Adsorben Optimum serta Variasi pH Larutan Influen dan Laju Alir Influen Optimum	73

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Salah satu makanan yang berasal dari kedelai adalah tahu. Proses produksi industri tahu menghasilkan limbah cair dan limbah padat. Limbah padat dihasilkan dari proses produksi tahu berupa ampas tahu, limbah cairnya dihasilkan dari proses pencucian, perebusan, pengepresan dan pencetakan tahu. Limbah padat yang dihasilkan dapat digunakan sebagai pakan ternak sedangkan limbah cairnya dibuang ke badan air.

Limbah cair industri tahu banyak mengandung senyawa organik berupa karbohidrat, lemak dan protein. Protein mengalami degradasi membentuk asam amino. Asam amino yang merupakan hasil dari perombakan protein akan dioksidasi menjadi amonia (NH_3) dan senyawa karboksil. Senyawa amonia (NH_3) akan dioksidasi lagi menjadi nitrit (NO_2^-), kemudian bila oksigen tersedia akan dioksidasi lagi menjadi nitrat (NO_3^-) (Pelczar dan Chan, 1996). Kadar maksimum nitrat dan nitrit dalam limbah cair menurut Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 15 Tahun 2008 tentang Baku Mutu Air Limbah bagi Usaha dan/atau Kegiatan Pengolahan Kedelai adalah 5 mg/L untuk nitrat (NO_3^-) dan 0,3 mg/L untuk nitrit (NO_2^-). Menurut Gerardi (2002), adanya senyawa nitrogen pada pembuangan limbah cair ke lingkungan (badan air) dapat menimbulkan dampak buruk atau pencemaran terhadap badan air penerima.

Metode penanganan limbah cair industri berkembang sangat pesat. Upaya untuk menurunkan kandungan limbah cair industri dapat digolongkan menjadi tiga metode pengolahan, yaitu secara fisika, biologi dan kimia (Sani, 2006; dan Husin, 2008). Teknik adsorpsi merupakan salah satu metode pengolahan secara kimia dalam penanganan limbah cair yang murah, efisien dan dapat menggunakan bahan-bahan alami sebagai adsorben.

Menurut Laksono *et al.* (2006) adsorben dapat digunakan sebagai pengikat atau penjerap bahan buangan berbahaya yaitu logam dan molekul yang tidak mudah terdegradasi. Penggunaan silika gel (Rasy *et al.*, 2010), zeolit (Irmanto, 2009), dan arang aktif (Aryani, 2010) dapat digunakan sebagai adsorben yang terdapat dalam limbah cair. Arang aktif sering digunakan sebagai adsorben, karena memiliki luas permukaan yang besar sehingga dapat mengadsorpsi lebih banyak molekul (Sudibandriyo dan Lydia, 2013).

Penggunaan arang aktif sebagai adsorben memiliki banyak kelebihan diantaranya harga yang murah, mudah diperoleh dan mudah dibuat. Arang aktif dapat dibuat dari ampas tebu, kayu, tempurung kelapa dan lain-lain. Menurut Pusat Penelitian dan Pengembangan Kehutanan, Bogor (dalam Kurniawan dan Wicaksono, 2006) arang dari tempurung kelapa memiliki kadar air rendah dan daya ikat karbon tinggi sehingga menghasilkan pembakaran sempurna ketika digunakan sebagai bahan bakar. Selain itu, tempurung kelapa juga memiliki daya serap paling tinggi sebagai arang aktif. Pohan *et al.* (2002) menyatakan bahwa tempurung kelapa mempunyai luas permukaan yang paling besar dibandingkan dengan bahan arang lainnya. Arang tempurung kelapa mempunyai luas permukaan dalam antara 500-1500 m²/g sehingga sangat efektif dalam menangkap partikel-partikel yang sangat halus. Hasil penelitian Kasam *et al.*, (2005) menunjukkan bahwa arang aktif dari tempurung kelapa dengan sistem kontinu dapat menurunkan konsentrasi COD (*Chemical Oxygen Demand*) limbah cair laboratorium yang awalnya 97,68 mg/L setelah melewati kolom menjadi 37,28 mg/L

Proses adsorpsi dapat dilakukan dengan sistem *batch* (statis) maupun sistem *continue* (dinamis). Proses adsorpsi dengan sistem *batch* yaitu partikel adsorben ditempatkan di dalam sebuah larutan adsorbat dan diaduk untuk mendapatkan kontak yang merata sehingga terjadi proses adsorpsi, sedangkan pada proses adsorpsi menggunakan sistem *continue* yaitu adsorben selalu mengalami kontak dengan adsorbat yang dikondisikan mengalir melewati adsorben tersebut (Hadiwidodo, 2008). Sistem dinamis memiliki kelebihan yaitu memungkinkan proses pengolahan

limbah skala besar, sehingga lebih mudah dan efektif jika diaplikasikan pada proses industri dengan diintegrasikan pada sistem alir (Meneghetti *et al.*, 2010).

Proses adsorpsi secara umum dipengaruhi oleh jenis adsorben, jenis zat yang diadsorpsi (adsorbat), konsentrasi zat adsorbat, luas permukaan adsorben, suhu dan tekanan operasi, jumlah (massa) adsorben, ukuran partikel adsorben dan pH larutan. Meneghetti *et al.* (2010) menyatakan bahwa pada sistem dinamis proses adsorpsi juga dapat dipengaruhi oleh laju alir larutan influen.

Penelitian tentang limbah cair tahu sebelumnya telah dilakukan dengan proses adsorpsi dan sistem *batch*. Nailasa *et al.* (2013) melaporkan bahwa arang aktif dari biji kapuk dapat menurunkan kadar nitrat pada limbah cair tahu dari 1,783 mg/L menjadi 1,501 mg/L. Suyata dan Irmanto (2009) menggunakan adsorben dari ampas kopi dengan hasil penelitian yang diperoleh yaitu pH optimum pada pH 7, waktu kontak optimum pada waktu 30 menit dan hasil penurunan kadar nitrat sebesar 86,40% dan nitrit sebesar 52,35%.

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari optimasi parameter adsorpsi NO_3^- dan NO_2^- dalam limbah cair tahu menggunakan arang aktif tempurung kelapa dengan sistem dinamis. Diharapkan hasil penelitian dengan menggunakan sistem dinamis dan adsorben dari tempurung kelapa dapat lebih optimal dan efektif dalam menurunkan kadar nitrat dan nitrit dalam limbah industri tahu.

1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan dalam penelitian ini adalah :

1. Berapa massa adsorben, ukuran partikel adsorben, pH larutan influen dan laju alir influen optimum untuk mengurangi kadar nitrat dan nitrit dalam limbah cair tahu ?
2. Berapa prosentase optimum arang aktif tempurung kelapa untuk mengurangi kadar nitrat dan nitrit dalam limbah cair tahu ?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Limbah cair tahu diperoleh di Pabrik Tahu Kecamatan Gebang, Jember.
2. Adsorben yang digunakan adalah arang aktif dari tempurung kelapa komersil.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui massa adsorben, ukuran partikel adsorben, pH larutan influen dan laju alir influen optimum untuk mengurangi kadar nitrat dan nitrit dalam limbah cair tahu.
2. Mengetahui prosentase optimum arang aktif tempurung kelapa untuk mengurangi kadar nitrat dan nitrit dalam limbah cair tahu.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat mengurangi pencemaran air yang disebabkan oleh limbah cair tahu dan dapat memberikan metode alternatif dalam mengurangi kadar nitrat dan nitrit yang dapat menimbulkan bau dalam limbah cair tahu dengan memanfaatkan arang aktif tempurung kelapa sebagai adsorben.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Proses Pembuatan Tahu

Tahu adalah makanan padat yang dicetak dari sari kedelai (*Glycine spp*) dengan proses pengendapan protein. Penggumpalan susu kedelai umumnya dilakukan dengan cara menambahkan bahan penggumpal berupa asam. Bahan penggumpal yang biasa digunakan adalah asam cuka (CH_3COOH), batu tahu ($\text{CaSO}_4\cdot\text{nH}_2\text{O}$) dan larutan bibit tahu (larutan perasan tahu yang telah diendapkan satu malam) (Darsono, 2007). Secara umum tahapan proses pembuatan tahu adalah sebagai berikut :

1. Kedelai yang telah dipilih dibersihkan dan disortasi. Pembersihan dilakukan dengan ditampi atau menggunakan alat pembersih.
2. Perendaman dalam air bersih agar kedelai dapat mengembang dan cukup lunak untuk digiling. Lama perendaman berkisar 4-10 jam.
3. Pencucian dengan air bersih. Jumlah air yang digunakan tergantung pada besarnya atau jumlah kedelai yang digunakan.
4. Penggilingan kedelai menjadi bubur kedelai dengan mesin giling. Untuk memperlancar penggilingan perlu ditambahkan air dengan jumlah yang sebanding dengan jumlah kedelai.
5. Pemasakan kedelai dilakukan diatas tungku dan dididihkan selama 5 menit. Selama pemasakan ini dijaga agar tidak berbuih, dengan cara menambahkan air dan diaduk.
6. Penyaringan bubur kedelai dilakukan dengan kain penyaring. Ampas yang diperoleh diperas dan dibilas dengan air hangat. Jumlah ampas basah kurang lebih 70% sampai 90% dari bobot kering kedelai.
7. Setelah itu dilakukan penggumpalan dengan menggunakan air asam, pada suhu 50°C kemudian didiamkan sampai terbentuk gumpalan besar. Selanjutnya air

diatas endapan dibuang dan sebagian digunakan untuk proses penggumpalan kembali.

8. Langkah terakhir adalah pengepresan dan pencetakan yang dilapisi dengan kain penyaring sampai padat. Setelah air tinggal sedikit, maka cetakan dibuka dan diangin-anginkan.

2.2 Karakteristik Limbah Cair Industri Tahu

Limbah cair industri tahu dapat menimbulkan pencemaran yang cukup berat karena memiliki kadar polutan organik yang cukup tinggi dan keasaman yang rendah, yakni pH 4-5 (Fatha, 2007). Jika limbah cair industri tahu tersebut dibuang langsung ke lingkungan tanpa proses pengolahan akan terjadi pengendapan bahan organik pada badan perairan, proses pembusukan dan berkembangnya mikroorganisme patogen, (Sudaryati *et al.*, 2007).

Sumber limbah cair industri tahu sebagian besar berasal dari cairan kental yang terpisah dari gumpalan tahu yang disebut air didih (whey). Sumber limbah cair lainnya dapat berasal dari pencucian kedelai, pemasakan, maupun pencucian peralatan setelah proses pembuatan tahu. Limbah cair ini sering dibuang secara langsung tanpa pengolahan terlebih dahulu sehingga akan menghasilkan bau busuk dan mencemari lingkungan.

Ada dua hal yang perlu diperhatikan dalam limbah industri tahu yakni karakteristik fisika dan kimia. Karakteristik fisika meliputi padatan total, suhu, warna dan bau. Karakteristik kimia meliputi bahan organik, bahan anorganik dan gas. Suhu buangan industri tahu berasal dari proses pemasakan kedelai. Suhu limbah cair tahu pada umumnya lebih tinggi dari air bakunya, yaitu 40°C sampai 46°C. Suhu yang meningkat di lingkungan perairan akan mempengaruhi kehidupan biologis, kelarutan oksigen dan gas lain, kerapatan air, viskositas, dan tegangan permukaan (BPPT, 1997).

Bahan-bahan organik yang terkandung di dalam buangan industri tahu pada umumnya sangat tinggi. Senyawa-senyawa organik di dalam air buangan tersebut

dapat berupa protein, karbohidrat, lemak dan minyak. Diantara senyawa-senyawa tersebut, protein dan lemak adalah yang jumlahnya paling besar. Protein mencapai 40-60%, karbohidrat 25-50% dan lemak 10%. Air buangan industri tahu kualitasnya bergantung dari proses yang digunakan. Apabila air prosesnya baik, maka kandungan bahan organik pada air buangannya biasanya rendah. Komponen terbesar dari limbah cair tahu yaitu protein (N-total) sebesar 226,06-434,78 mg/l, sehingga masuknya limbah cair tahu ke lingkungan perairan akan meningkatkan total nitrogen di perairan tersebut. Gas-gas yang biasa ditemukan dalam limbah cair tahu adalah oksigen (O_2) hidrogen sulfida (H_2S), amonia (NH_3) karbondioksida (CO_2) dan metana (CH_4). Gas-gas tersebut berasal dari dekomposisi bahan-bahan organik yang terdapat dalam limbah cair tahu (Herlambang, 2002).

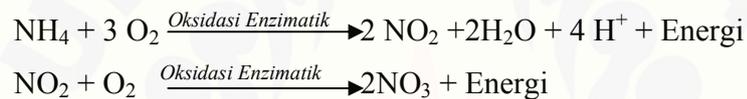
2.3 Nitrat dan Nitrit

Nitrat (NO_3) adalah bentuk senyawa nitrogen yang merupakan sebuah senyawa yang stabil. Nitrat merupakan salah satu unsur penting untuk sintesa protein tumbuh-tumbuhan dan hewan, akan tetapi nitrat pada konsentrasi yang tinggi dapat menstimulasi pertumbuhan ganggang yang tak terbatas (bila beberapa syarat lain seperti konsentrasi fosfat dipenuhi), sehingga air kekurangan oksigen terlarut yang menyebabkan kematian ikan. NO_3 dapat berasal dari buangan industri bahan peledak, piroteknik, pupuk, cat dan sebagainya. Kadar Nitrat secara alamiah biasanya rendah, namun kadar nitrat dapat menjadi tinggi sekali pada air tanah yang tercemar oleh nitrat (Alaert dan Sri Sumestri, 1984).

Nitrit dan nitrat merupakan bentuk nitrogen yang teroksidasi, dengan tingkat oksidasi masing-masing +3 dan +5. Nitrit biasanya tidak bertahan lama dan merupakan keadaan sementara proses oksidasi antara amoniak dan nitrat, yang dapat terjadi pada instalasi pengolahan air buangan, dalam air sungai dan sistem drainase, dan sebagainya. Nitrit sendiri membahayakan kesehatan karena dapat bereaksi dengan hemoglobin dalam darah, hingga darah tersebut tidak dapat mengangkut oksigen lagi. Di samping itu, NO_2 juga menimbulkan nitrosamin pada air buangan

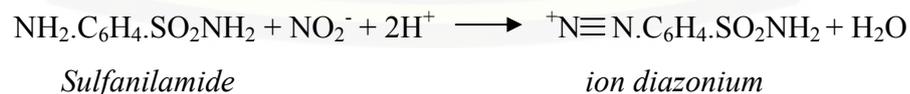
tertentu, nitrosamin tersebut dapat menyebabkan kanker (Alaert dan Sri Sumestri, 1984).

Nitrifikasi adalah suatu proses oksidasi enzimatik yakni perubahan senyawa amonium menjadi senyawa Nitrat yang dilakukan oleh bakteri-bakteri tertentu. Proses ini berlangsung dalam dua tahap dan masing-masing dilakukan oleh grup bakteri yang berbeda. Tahap pertama adalah proses oksidasi Amonium menjadi Nitrit yang dilaksanakan oleh bakteri *Nitrosomonas sp* dan tahap kedua adalah proses oksidasi enzimatik nitrit menjadi nitrat yang dilaksanakan oleh bakteri *Nitrobacter sp*. Proses oksidasi enzimatik perubahan amonium menjadi nitrit dan selanjutnya menjadi nitrat digambarkan sebagai berikut (Damanik *et al.*, 2010) :

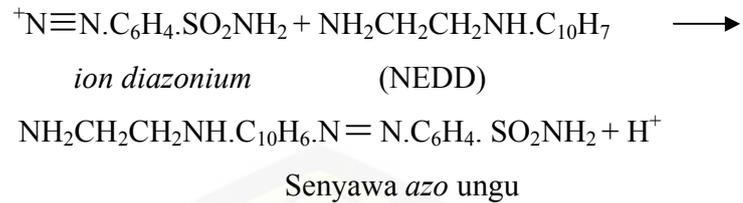


Analisis nitrat dalam penelitian ini dilakukan dengan metode brusin sulfat. Prinsip dari pengujian nitrat dengan metode brusin sulfat yaitu ion nitrat bereaksi dengan brusin dalam suasana asam membentuk senyawa berwarna kuning. Jadi sampel yang membentuk warna kuning pekat menunjukkan konsentrasi nitrat yang terkandung pada sampel sangat besar, dan jika sampel yang diuji memiliki konsentrasi nitrat berada di luar kurva kalibrasi larutan standar maka sampel yang diuji harus diencerkan agar bisa terbaca atau masuk dalam kurva kalibrasi. Intensitas warna yang terjadi diukur absorbannya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm (Nugroho, 2010).

Sementara itu, analisis kadar nitrit dilakukan dengan metode asam sulfanilat (*sulfanilamide*) menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Ion nitrit akan bereaksi dengan *sulfanilamide* membentuk *ion diazonium* yang terjadi menurut reaksi berikut :



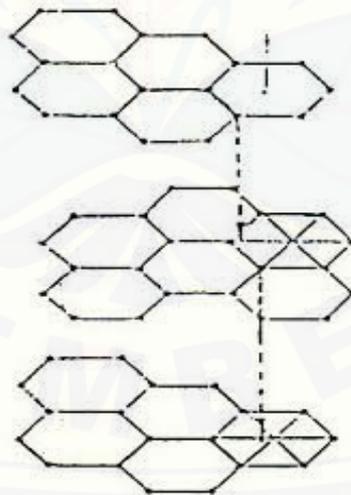
Selanjutnya *ion diazonium* akan bereaksi dengan N-1-Naftil Etilen Diamina Dihidroklorida (NEDD) membentuk senyawa *azo* berwarna ungu menurut reaksi berikut :



Menurut *Strickland* dan *Parsons* (1972) pembentukan *ion diazonium* hanya memerlukan waktu 2 menit dan bila melebihi 10 menit akan menghasilkan reaksi samping dan larutan mengalami dekomposisi. Intensitas warna yang terjadi diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 520 nm.

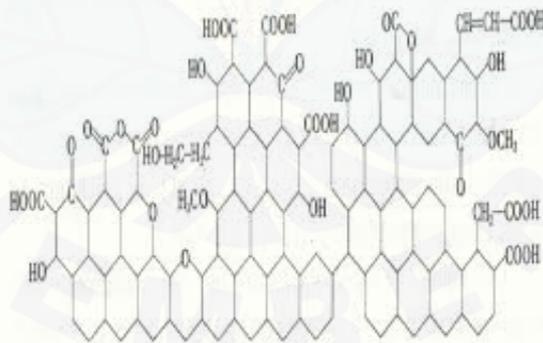
2.4 Arang Aktif

Arang aktif mempunyai bentuk yang amorf yang terdiri dari pelat-pelat datar di mana atom-atom karbonnya tersusun dan terikat secara kovalen dalam kisi heksagonal. Hal tersebut telah dibuktikan dengan penelitian menggunakan sinar-X yang menunjukkan adanya bentuk-bentuk kristalin yang sangat kecil dengan struktur grafit.



Gambar 2.1 Struktur fisik arang aktif (Sontheimer, 1985 dalam Pujiyanto, 2010)

Daerah kristalin memiliki ketebalan 0,7-1,1 nm, jauh lebih kecil dari grafit. Hal ini menunjukkan adanya 3 atau 4 lapisan atom karbon dengan kurang lebih terisi 20-30 heksagon di tiap lapisannya. Rongga antara kristal-kristal karbon diisi oleh karbon-karbon amorf yang berikatan secara tiga dimensi dengan atom-atom lainnya terutama oksigen. Susunan karbon yang tidak teratur ini diselingi oleh retakan-retakan dan celah yang disebut pori dan kebanyakan berbentuk silindris. Selain mengandung karbon, karbon aktif juga mengandung sejumlah kecil hidrogen dan oksigen yang secara kimiawi terikat dalam berbagai gugus fungsi seperti karbonil, karboksil, fenol, lakton, quinon, dan gugus-gugus eter. Oksida-oksida permukaan tersebut seringkali berasal dari bahan bakunya, atau dapat pula terbentuk akibat reaksi dengan udara maupun uap air. Oksida-oksida tersebut biasanya bersifat asam sehingga menurun ke karbon aktifnya. Gugus fungsional dibentuk selama proses aktivasi oleh interaksi radikal bebas pada permukaan karbon dengan atom-atom seperti oksigen dan nitrogen. Gugus fungsional ini membuat permukaan karbon aktif reaktif secara kimiawi dan mempengaruhi sifat adsorbsinya. Ilustrasi struktur kimia karbon aktif dengan gugus fungsionalnya dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur kimia arang aktif (Sudibandriyo, 2003 dalam Pujiyanto, 2010)

2.5 Arang Aktif Tempurung Kelapa

Arang aktif atau karbon aktif adalah suatu bahan padat berpori yang merupakan hasil pembakaran bahan yang mengandung karbon. Semakin luas

permukaan arang aktif maka daya adsorpsinya juga semakin meningkat (Baker *et al.*, 1997). Luas permukaan arang aktif berkisar antara 300-3500 m²/g dan ini berhubungan dengan struktur pori internal yang menyebabkan arang aktif mempunyai sifat sebagai adsorben. Arang aktif dapat mengadsorpsi gas dan senyawa-senyawa kimia tertentu atau sifat adsorpsinya selektif, tergantung pada volume pori-pori dan luas permukaan (Sembiring dan Sinaga, 2003). Arang aktif berbentuk amorf, dan sebagian besar kandungannya terdiri dari unsur karbon. Karbon ini terdiri dari pelat-pelat datar yang atom karbonnya terikat secara kovalen dalam suatu kisi heksagonal yang mirip dengan grafit. Pelat-pelat ini terkumpul satu sama lain membentuk kristal dengan susunan tidak beraturan dan jarak antar pelatnya acak (Solovyov *et al.*, 2002).

Tjokrokusumo (dalam Basuki *et al.*, 2008) menyatakan bahwa arang tempurung kelapa adalah arang yang menghasilkan karbon dengan pori-pori lebih terbuka. Arang tempurung kelapa mempunyai permukaan yang luas dan berongga dengan struktur yang berlapis. Hal ini menyebabkan arang tempurung kelapa dapat menyerap gas atau zat lain dalam larutan dan udara.

Pohan *et al.* (2002) menyatakan bahwa tempurung kelapa mempunyai luas permukaan yang paling besar dibandingkan dengan bahan arang lainnya. Arang tempurung kelapa umumnya mempunyai luas permukaan dalam antara 500-1500 m²/g sehingga sangat efektif dalam menangkap partikel-partikel yang sangat halus.

Pori-pori arang tempurung kelapa mempunyai bentuk dan ukuran yang bervariasi dan tidak teratur, berkisar antara 10-10000 Å. Pori-pori ini dapat menangkap dan menjerap partikel-partikel sangat halus (molekul). Semakin banyaknya zat-zat yang diadsorpsi maka pori-pori ini pada akhirnya akan jenuh sehingga arang tempurung kelapa tidak akan berfungsi lagi. Arang tempurung kelapa yang telah jenuh dapat direaktifasi kembali, meskipun demikian tidak jarang yang disarankan untuk sekali pakai. Arang tempurung kelapa digunakan sebagai adsorben karena (Basuki *et al.*, 2008).

2.6 Adsorpsi

Adsorpsi merupakan proses penyerapan suatu materi oleh zat penyerap pada bagian permukaan zat penyerap tersebut. Zat yang berfungsi sebagai penyerap disebut sebagai adsorben sedangkan zat yang diserap disebut adsorbat. Adsorpsi pada permukaan padatan terjadi karena adanya gaya tarik molekul pada permukaan zat padat. Adsorpsi melibatkan proses perpindahan massa dan menghasilkan kesetimbangan distribusi antara adsorbat dengan permukaan adsorben (Atkins dan Paula, 2006).

Jenis adsorpsi dapat dibedakan berdasarkan sifat interaksi antara adsorben dengan adsorbat, yaitu adsorpsi fisika (*physisorption*) dan adsorpsi kimia (*chemisorption*). Adsorpsi fisika merupakan adsorpsi yang terjadi karena adanya interaksi antara adsorben dengan adsorbat akibat adanya gaya tarik bermuatan listrik (interaksi van der Waals). Interaksi van der Waals memiliki jarak yang panjang namun sangat lemah. Molekul memantul di permukaan zat padat dan secara bertahap akan kehilangan energi dan akhirnya terserap di zat padat tersebut. Adsorpsi fisika merupakan adsorpsi multilayer, karena masing-masing molekul membentuk lapisan di atas lapisan sebelumnya. Entalpi adsorpsi fisika berkisar 20 kJ mol^{-1} (Atkins dan Paula, 2006).

Adsorpsi kimia merupakan adsorpsi yang terjadi karena molekul atau atom terikat pada permukaan adsorben dengan membentuk ikatan kimia dan adsorpsi cenderung terjadi pada situs yang dapat memaksimalkan bilangan koordinasi adsorben dengan adsorbat. Adsorpsi kimia terjadi diawali dengan adsorpsi fisika, yaitu partikel-partikel adsorbat mendekati ke permukaan adsorben karena adanya gaya tarik bermuatan listrik, kemudian diikuti oleh terjadinya adsorpsi kimia. Selanjutnya, partikel-partikel adsorbat melekat pada permukaan adsorben dengan membentuk ikatan kimia. Terjadinya ikatan kimia menyebabkan terbentuknya suatu lapisan monolayer pada permukaan adsorben. Entalpi adsorpsi kimia jauh lebih besar dibandingkan entalpi adsorpsi fisika, yaitu berkisar 200 kJ mol^{-1} . Adsorpsi kimia

memiliki jarak antara permukaan dengan adsorbat lebih pendek dibandingkan pada adsorpsi fisika (Atkins dan Paula, 2006).

Proses adsorpsi dapat dilakukan dengan sistem *batch* (statis) maupun sistem *continue* (dinamis). Proses adsorpsi dengan sistem *batch* yaitu partikel adsorben ditempatkan di dalam sebuah larutan adsorbat dan diaduk untuk mendapatkan kontak yang merata sehingga terjadi proses adsorpsi, sedangkan pada proses adsorpsi menggunakan sistem *continue* yaitu adsorben selalu mengalami kontak dengan adsorbat yang dikondisikan mengalir melewati adsorben tersebut (Hadiwidodo, 2008). Sistem dinamis memiliki kelebihan yaitu memungkinkan proses pengolahan limbah skala besar, sehingga lebih mudah dan efektif jika diaplikasikan pada proses industri dengan diintegrasikan pada sistem alir (Meneghetti *et al.*, 2010).

Meneghetti *et al.* (2010) menyatakan bahwa pada sistem dinamis, kapasitas adsorpsi juga dipengaruhi oleh laju alir umpan. Semakin cepat laju alir adsorbat maka interaksi antara adsorbat dengan adsorben relatif singkat sehingga adsorbat tidak terikat kuat pada adsorben. Hal ini mengakibatkan adsorbat banyak yang lolos dari adsorben, begitu pula sebaliknya. Laju alir adsorbat yang lambat menyebabkan interaksi antara adsorbat dengan adsorben menjadi lebih lama, sehingga antara adsorben dengan adsorbat dapat terbentuk ikatan yang lebih kuat dan kapasitas adsorpsi menjadi lebih besar.

2.7 Sistem Dinamis (*Fixed Bed Column*)

Fixed bed column yang digunakan dalam proses adsorpsi sistem dinamis dapat dioperasikan secara tunggal, rangkaian seri, maupun dalam rangkaian paralel. Ada dua model aliran influen yang digunakan pada sistem dinamis menggunakan *Fixed bed column*, yaitu *down flow* dan *up flow*. *Down flow* merupakan model aliran dari arah atas ke bagian bawah kolom sedangkan *up flow* merupakan model aliran dari arah bawah ke bagian atas kolom. Penelitian penggunaan kolom dalam skala kecil dilakukan sebagai bentuk simulasi potensi kinerja dari adsorben dan hasil yang didapatkan dapat diaplikasikan untuk rancangan reaktor kolom skala besar (Li, 2008).

2.8 Spektrofotometer UV-Vis

Spektroskopi adalah cabang ilmu yang mempelajari interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan materi, sedangkan spektrofotometri merupakan aplikasi spektroskopi dalam bidang pengukuran, khususnya dalam interaksi gelombang cahaya (foton) dengan materi (Khopkar, 2008).

Analisis spektrofotometri adalah salah satu metode analisis dalam ilmu kimia yang didasarkan pada identifikasi dan kuantifikasi spesies analit berdasarkan interaksi antara gelombang cahaya dengan spesies analit. Gelombang cahaya (foton) dimanfaatkan sebagai entitas perantara untuk analisis kualitatif dan kuantitatif ketika berinteraksi dengan spesies analit yang dapat melalui proses absorpsi, emisi, fluoresensi, atau proses lainnya (Khopkar, 2008).

Spektrofotometri sangat berhubungan dengan pengukuran besarnya absorbansi energi cahaya oleh suatu sistem kimia sebagai fungsi panjang gelombang atau pengukuran absorbansi energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada suatu panjang gelombang tertentu. Analisis suatu komponen maupun multikomponen secara spektrofotometri menggunakan landasan hukum Lambert-Beer. Hukum ini mengemukakan tentang serapan sinar atau energi radiasi oleh spesies kimia secara kuantitatif (Day dan Underwood, 1998).

Sinar polikromatis yang melalui suatu objek akan dipantulkan, diserap, atau diteruskan oleh objek tersebut. Intensitas sinar masuk (I_0), intensitas sinar yang diserap (I_a), intensitas sinar yang diteruskan (I_t), dan intensitas sinar yang dipantulkan (I_r) memiliki hubungan:

$$I_0 = I_r + I_a + I_t \quad (2.7)$$

I_r bernilai kecil dapat dapat dijaga konstan dengan menggunakan sel yang sesuai dan selalu menempatkan sel pada kondisi yang sama dalam instrumen. Hukum Lambert menyatakan hubungan antara medium (b) dengan besarnya penyerapan energi cahaya, yaitu:

$$\text{Log } I_0/I_t = Kb \quad (2.8)$$

Hubungan antara konsentrasi spesies (c) dengan besarnya penyerapan dinyatakan dalam hukum Beer, yaitu:

$$\text{Log } I_0/I_t = Kc \quad (2.9)$$

Gabungan dari kedua hukum di atas merupakan hukum Lambert-Beer, yang dinyatakan sebagai:

$$\text{Log } I_0/I_t = Kbc \quad (2.10)$$

$$A = abc \quad (2.11)$$

$$A = \epsilon bc \quad (2.12)$$

$$A \sim c \text{ bila } ab \text{ konstan} \quad (2.13)$$

Absorbansi (A) adalah logaritma perbandingan (I_0) dengan intensitas cahaya yang ditransmisikan setelah melewati sampel (I_t), dan konsentrasi spesies terlarut serta menyerap cahaya (c) dinyatakan dalam mol/L atau g/L. K disebut mol a jika yang digunakan adalah c yang menggunakan g/L, namun jika yang digunakan adalah c yang menggunakan mol/L maka K disebut absorptivitas molar ekstinsi (ϵ). Sel yang digunakan dalam pengukuran haruslah tetap agar nilai b konstan. Nilai a dan b yang konstan menyebabkan absorbansi memiliki hubungan linier dengan konsentrasi material yang mengabsorpsi (Day dan Underwood, 1998).

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan Desember 2014 hingga Februari 2015 di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Jember. Pengambilan sampel diambil dari bak penampungan limbah cair industri tahu kecamatan Gebang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

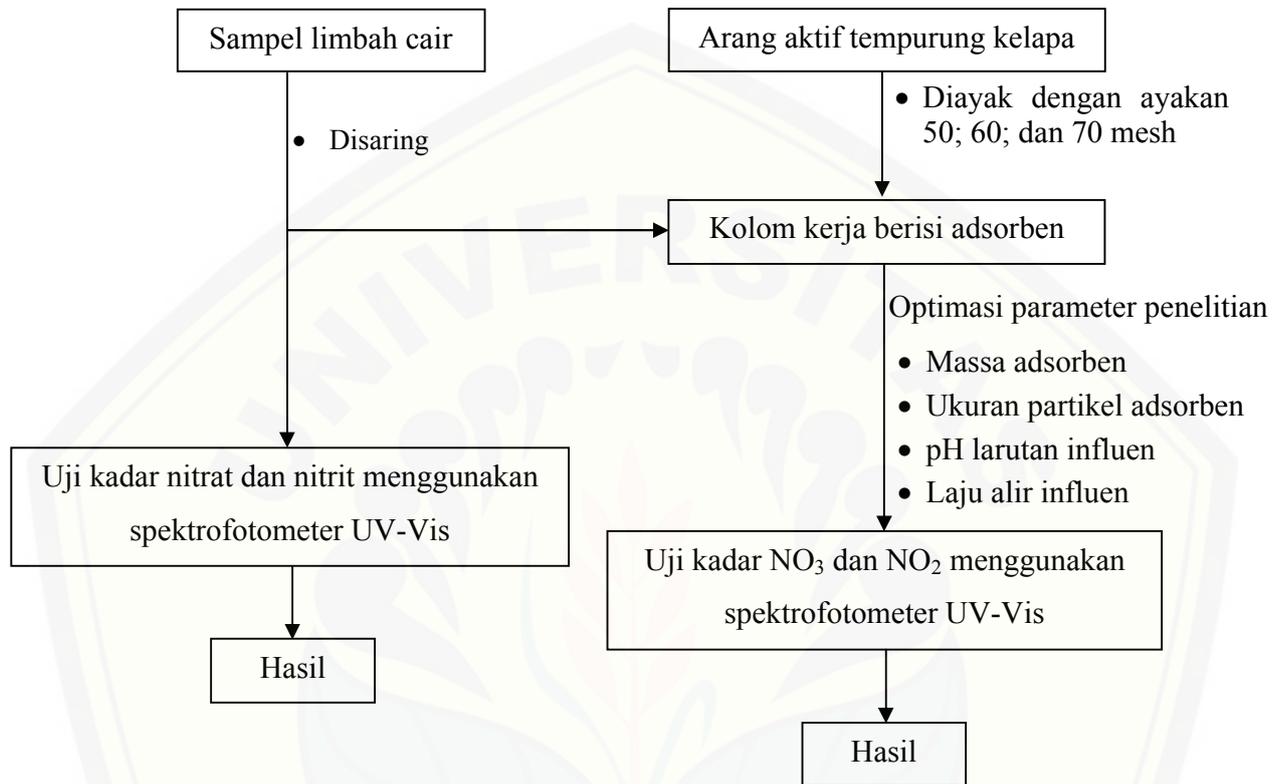
Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah set alat *fixed bed column*, spektrometer UV-Vis (tipe UV756CRT), kuvet, labu ukur 50 mL, 100 mL, 500 mL dan 1 liter, beaker glass 50 mL, pH meter, erlenmeyer 50 mL dan 100 mL, neraca analitik, botol reaksi, ayakan 50 mesh, 60 mesh dan 70 mesh, grinder, kertas saring Whatman no. 42, derigen 1 L dan 5 L.

3.2.2 Bahan

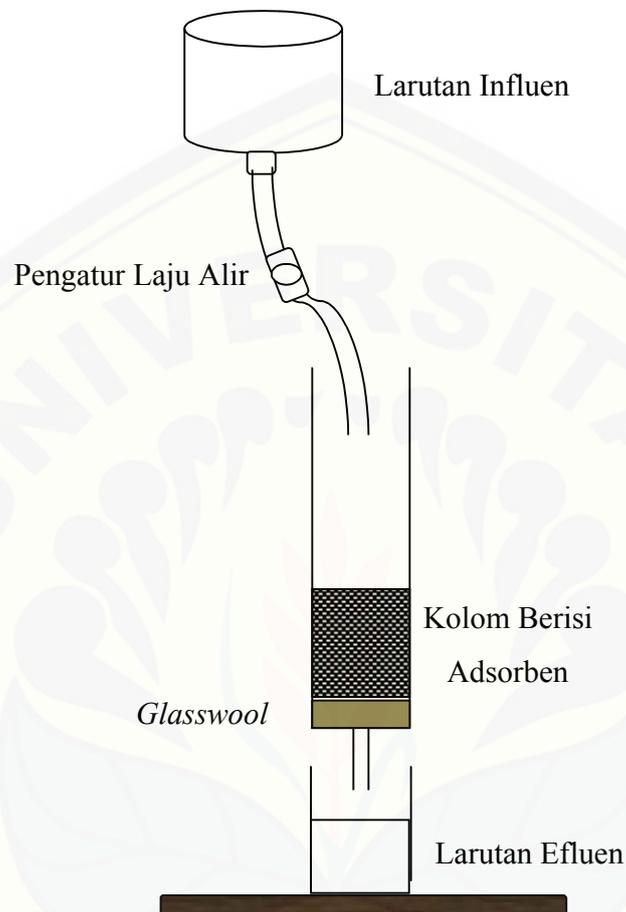
Bahan yang digunakan yaitu: limbah cair industri tahu, brusin pa (Merck), HCl pa 37% (Merck), H₂SO₄ pa 98% (Merck), KNO₃ pa (Merck), sulfanilamida pa (Merck), N-1-naftil etilen diamina dihidroklorida pa (Merck), NaNO₂ pa (Merck), asam sitrat pa (Merck), disodium fospat pa (Merck), asam borat pa (Merck), sodium borat pa (Merck), akuades, arang aktif tempurung kelapa.

3.3 Rancangan Penelitian

3.3.1 Diagram Alir Penelitian



3.3.2 Desain Kolom Kerja



Gambar 3.1 Skema set alat eksperimen menggunakan *fixed bed column*

3.4 Preparasi Bahan

3.4.1 Sampling

Sampel diambil dari bak penampungan limbah terakhir (sebelum dibuang ke sungai) yang berada di pabrik tahu Kecamatan Gebang. Pengambilan Sampel dilakukan pada tanggal 5 Januari 2015 jam 05.00 wib dengan metode *grab sampling*. Sampel dimasukkan dalam jurigen plastik yang terbuat dari bahan polietilen.

3.4.2 Uji Kadar Nitrat (NO_3)

a. Larutan Brusin 2 %

Sebanyak 1 gram brusin dimasukkan ke dalam *beaker glass* kemudian dilarutkan dengan akuades. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan brusin 2 %.

b. Larutan Induk NO_3 (1000 ppm)

Ditimbang 0,163 g KNO_3 dimasukkan ke dalam *beaker glass* kemudian dilarutkan dengan akuades. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambah dengan akuades sampai garis tanda sehingga didapatkan larutan NO_3 1000 ppm.

c. Larutan Standar NO_3

Sebanyak 10 mL larutan NO_3 1000 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan NO_3 100 ppm. Sebanyak 2 mL; 4 mL; 6 mL; 8 mL dan 10 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambah dengan akuades sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan NO_3 dengan konsentrasi 2 ppm; 4 ppm; 6 ppm; 8 ppm dan 10 ppm.

3.4.3 Uji Kadar Nitrit (NO_2)

a. Larutan Sulfanilamida

Sebanyak 1 g sulfanilamida dilarutkan dalam suatu campuran dari 10 mL HCl pekat dan kurang lebih 60 mL akuades dalam *beaker glass*, larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan sulfanilamida.

b. Larutan N-1-Naftil Etilen Diamina Dihidroklorida

Sebanyak 0,1 g N-1-Naftil Etilen Diamina Dihidroklorida dimasukkan ke dalam *beaker glass* kemudian dilarutkan dengan akuades. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan N-1-Naftil Etilen Diamina Dihidroklorida.

c. Larutan Induk NO_2 (1000 ppm)

Ditimbang 0,15 g NaNO_2 dimasukkan ke dalam *beaker glass* kemudian dilarutkan dengan akuades. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambah dengan akuades sampai garis tanda sehingga didapatkan larutan NO_2 1000 ppm.

d. Larutan Standar NO_2

Sebanyak 1 mL larutan NO_2 1000 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan NO_2 10 ppm. Sebanyak 1 mL; 2 mL; 3 mL; 4 mL dan 5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambah dengan akuades sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan NO_2 dengan konsentrasi 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,3 ppm; 0,4 ppm dan 0,5 ppm.

3.4.4 Larutan Asam Sitrat

Sebanyak 5,25 g asam sitrat dimasukkan ke dalam *beaker glass* kemudian dilarutkan dengan akuades. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan asam sitrat.

3.4.5 Larutan *Disodium Phosphate*

Sebanyak 13,40 g *Disodium Phosphate* dimasukkan ke dalam *beaker glass* kemudian dilarutkan dengan akuades. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan *Disodium Phosphate*.

3.4.6 Larutan Asam Borat

Sebanyak 3,1 g asam borat dimasukkan ke dalam *beaker glass* kemudian dilarutkan dengan akuades. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan asam borat.

3.4.7 Larutan Sodium Borat

Sebanyak 4,8 g sodium borat dimasukkan ke dalam *beaker glass* kemudian dilarutkan dengan akuades. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan sodium borat.

3.4.8 Larutan Buffer pH 5 sampai 9

- Larutan buffer pH 5 dipreparasi dengan menambahkan 20 mL asam sitrat dalam 20 mL *Disodium Phosphate*.
- Larutan buffer pH 6 dipreparasi dengan menambahkan 14 mL asam sitrat dalam 26 mL *Disodium Phosphate*.
- Larutan buffer pH 7 dipreparasi dengan menambahkan 8 mL asam sitrat dalam 32 mL *Disodium Phosphate*.
- Larutan buffer pH 8 dipreparasi dengan menambahkan 70 mL asam borat dalam 30 mL sodium borat.
- Larutan buffer pH 9 dipreparasi dengan menambahkan 20 mL asam sitrat dalam 80 mL sodium borat.

3.4.9 Arang Aktif Tempurung Kelapa sebagai Adsorben

Arang aktif komersil digerus dan diayak dengan ayakan berukuran 50 mesh, 60 mesh, dan 70 mesh. Arang aktif kemudian disimpan di dalam botol kering.

3.5 Pembuatan kolom

Sebanyak 1 g *glasswool* dimasukkan ke dalam ujung bawah kolom. Adsorben ditimbang dengan teliti kemudian dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam kolom kerja sambil tabung diketuk-ketuk perlahan. Adsorben dalam kolom dipadatkan dengan bantuan batang pengaduk yang panjang.

3.6 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

3.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum NO_3

Penentuan panjang gelombang maksimum diperlukan untuk mendapatkan hasil absorbansi yang maksimum pada pengukuran kadar nitrat menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Pengukuran panjang gelombang maksimum ini menggunakan larutan standar nitrat 2 ppm. Kemudian larutan tersebut diukur serapannya pada panjang gelombang 350-500 nm dengan interval tiap pengukuran sebesar 10 nm.

3.6.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum NO_2

Penentuan panjang gelombang maksimum diperlukan untuk mendapatkan hasil absorbansi yang maksimum pada pengukuran kadar nitrit menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Pengukuran panjang gelombang maksimum ini menggunakan larutan standar nitrit 0,1 ppm. Kemudian larutan tersebut diukur serapannya pada panjang gelombang 470-620 nm dengan interval tiap pengukuran sebesar 10 nm.

3.7 Penentuan Kurva Kalibrasi

3.7.1 Penentuan Kurva Kalibrasi NO_3

Sebanyak 5 mL larutan standar nitrat (2; 4; 6; 8 dan 10 ppm) dan blanko dimasukkan ke dalam masing-masing *beaker glass*, kemudian ditambahkan 0,5 ml brusin 2% dan 5 mL H_2SO_4 pekat sambil dikocok. Campuran larutan dibiarkan selama 30 menit sampai dingin, kemudian dibaca absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Selanjutnya dibuat kurva antara konsentrasi NO_3 dengan absorbansi dan tentukan persamaan garis lurusnya.

3.7.2 Penentuan Kurva Kalibrasi NO₂

Sebanyak 5 mL larutan standar nitrit (0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 ppm) dan blanko dimasukkan ke dalam masing-masing *beaker glass*, kemudian ditambahkan 1 mL larutan asam sulfanilamida dan larutan tersebut dibiarkan bereaksi selama 2-8 menit. Selanjutnya, ditambahkan 1 mL larutan NED dihidroklorida diaduk dan dibiarkan selama 10 menit, kemudian dibaca absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Selanjutnya dibuat kurva antara konsentrasi NO₂ dengan absorbansi dan tentukan persamaan garis lurusnya.

3.7.3 Penentuan Kadar NO₃

Sebanyak 5 mL sampel dan blanko dimasukkan ke dalam masing-masing *beaker glass*, kemudian ditambahkan 0,5 mL brusin 2% dan 5 mL H₂SO₄ pekat sambil dikocok. Campuran larutan dibiarkan selama 30 menit sampai dingin. Dibaca absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

3.7.4 Penentuan Kadar NO₂

Sebanyak 5 mL sampel dan blanko dimasukkan ke dalam masing-masing *beaker glass*, kemudian ditambahkan 1 mL larutan asam sulfanilamida dan larutan tersebut dibiarkan bereaksi selama 2-8 menit. Selanjutnya, ditambahkan 1 mL larutan NED dihidroklorida, diaduk dan dibiarkan selama 10 menit, kemudian dibaca absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

3.8 Optimasi Parameter Adsorpsi

3.8.1 Penentuan Massa Adsorben Optimum

a. Penentuan Massa Adsorben Optimum NO₃

Arang aktif dengan ukuran pertikel 70 mesh ditimbang sebanyak 0,5 g; 1 g; 1,5 g; dan 2 g. Sampel 50 mL dialirkan ke dalam kolom yang telah berisi adsorben dengan kecepatan 6 mL per menit. Efluen ditampung sebanyak 20 mL dan diambil sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan 0,5 mL brusin 2% dan 5 mL H₂SO₄ pekat sambil dikocok. Campuran larutan dibiarkan selama 30 menit sampai dingin. Absorbansi NO₃ pada efluen ditentukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Percobaan diulang sebanyak 3 kali untuk masing-masing variasi massa adsorben.

b. Penentuan Massa Adsorben Optimum NO₂

Arang aktif dengan ukuran pertikel 70 mesh ditimbang sebanyak 0,5 g; 1 g; 1,5 g; dan 2 g. Sampel 50 mL dialirkan ke dalam kolom yang telah berisi adsorben dengan kecepatan 6 mL per menit. Efluen ditampung sebanyak 20 mL dan diambil sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan 1 mL larutan asam sulfanilamida dan larutan tersebut dibiarkan bereaksi selama 2-8 menit. Selanjutnya, ditambahkan 1 mL larutan NEDD, diaduk dan dibiarkan 10 menit. Absorbansi NO₂ pada efluen ditentukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Percobaan diulang sebanyak 3 kali untuk masing-masing variasi massa adsorben.

3.8.2 Penentuan Ukuran Partikel Adsorben Optimum

a. Penentuan Ukuran Partikel Adsorben Optimum NO₃

Arang aktif dengan ukuran partikel 50 mesh, 60 mesh, dan 70 mesh ditimbang sebanyak massa adsorben optimum. Sampel 50 mL dialirkan ke dalam kolom yang telah berisi adsorben dengan kecepatan 6 mL per menit. Efluen ditampung sebanyak 20 mL dan diambil sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan 0,5 mL brusin 2% dan 5 mL H₂SO₄ pekat sambil

dikocok. Campuran larutan dibiarkan selama 30 menit sampai dingin. Absorbansi NO_3 pada efluen ditentukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Percobaan diulang sebanyak 3 kali untuk masing-masing variasi ukuran partikel adsorben.

b. Penentuan Ukuran Partikel Adsorben Optimum NO_2

Arang aktif dengan ukuran partikel 50-60, 60-70, dan 70-80 mesh ditimbang sebanyak massa adsorben optimum. Sampel 50 mL dialirkan ke dalam kolom yang telah berisi adsorben dengan kecepatan 6 mL per menit. Efluen ditampung sebanyak 20 mL dan diambil sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan 1 mL larutan asam sulfanilamida dan larutan tersebut dibiarkan bereaksi selama 2-8 menit. Selanjutnya, tambahkan 1 mL larutan NEDD, diaduk dan dibiarkan 10 menit. Absorbansi NO_2 pada efluen ditentukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Percobaan diulang sebanyak 3 kali untuk masing-masing variasi ukuran partikel adsorben.

3.8.3 Penentuan pH Larutan Influen Optimum

a. Penentuan pH Larutan Influen Optimum NO_3

Adsorben dengan massa dan ukuran partikel optimum dimasukkan ke dalam kolom. Sampel sebanyak 50 mL yang telah dikondisikan pada pH 5, 6, 7, 8 dan 9 masing-masing dialirkan ke dalam kolom dengan kecepatan 6 mL per menit. Efluen ditampung sebanyak 20 mL dan diambil sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan 0,5 mL brusin 2% dan 5 mL H_2SO_4 pekat sambil dikocok. Campuran larutan dibiarkan selama 30 menit sampai dingin. Absorbansi NO_3 pada efluen ditentukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Percobaan diulang sebanyak 3 kali untuk masing-masing variasi pH.

b. Penentuan pH Larutan Influen Optimum NO₂

Adsorben dengan massa dan ukuran optimum dimasukkan ke dalam kolom. Sampel sebanyak 50 mL yang telah dikondisikan pada pH 5, 6, 7, 8 dan 9 masing-masing dialirkan ke dalam kolom dengan kecepatan 6 mL per menit. Efluen ditampung sebanyak 20 mL dan diambil sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan 1 mL larutan asam sulfanilamida dan larutan tersebut dibiarkan bereaksi selama 2-8 menit. Selanjutnya, tambahkan 1 mL larutan NEDD, diaduk dan dibiarkan 10 menit. Absorbansi NO₂ pada efluen ditentukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Percobaan diulang sebanyak 3 kali untuk masing-masing variasi pH.

3.8.4 Penentuan Laju Alir Influen Optimum

Influen dialirkan menggunakan set alat infus *Terumo macro* dengan 1 cc = 1 mL = 20 tetes dengan bantuan *stopwatch*, sehingga jika dibutuhkan laju alir :

1 mL/menit → dalam 1 menit menetes 20 tetes, atau tiap 3 detik menetes 1 tetes

2 mL/menit → dalam 1 menit menetes 40 tetes

4 mL/menit → dalam 1 menit menetes 80 tetes

6 mL/menit → dalam 1 menit menetes 120 tetes, atau tiap 1 detik menetes 2 tetes

8 mL/menit → dalam 1 menit menetes 160 tetes

a. Penentuan Laju Alir Influen Optimum NO₃

Adsorben dengan massa dan ukuran optimum dimasukkan ke dalam kolom. Sebanyak 50 mL sampel pada pH optimum dialirkan ke dalam kolom dengan variasi kecepatan 1; 2; 4; 6; dan 8 mL per menit. Efluen ditampung sebanyak 20 mL dan diambil sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan 0,5 mL brusin 2% dan 5 mL H₂SO₄ pekat sambil dikocok. Campuran larutan dibiarkan selama 30 menit sampai dingin. Absorbansi NO₃ pada efluen ditentukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Percobaan diulang sebanyak 3 kali untuk masing-masing variasi laju alir.

b. Penentuan Laju Alir Influen Optimum NO₂

Adsorben dengan massa dan ukuran optimum dimasukkan ke dalam kolom. Sebanyak 50 mL sampel pada pH optimum dialirkan ke dalam kolom yang telah berisi adsorben dengan variasi kecepatan 1; 2; 4; 6; dan 8 mL per menit. Efluen ditampung sebanyak 20 ml dan diambil sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan 1 mL larutan asam sulfanilamida dan larutan tersebut dibiarkan bereaksi selama 2-8 menit. Selanjutnya, ditambahkan 1 mL larutan NEDD, diaduk dan dibiarkan 10 menit. Absorbansi NO₂ pada efluen ditentukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Percobaan diulang sebanyak 3 kali untuk masing-masing variasi laju alir.

3.9 Perhitungan Penurunan Kadar NO₃ dan NO₂

Persen penurunan dihitung dengan rumus:

$$\% \text{ Penurunan} = \frac{C_0 - C_1}{C_0} \times 100\%$$

Dimana:

C₀ = konsentrasi awal parameter

C₁ = konsentrasi akhir parameter