

IV. METOLOGI PENELITIAN

4.1 Waktu dan Tempat

Penelitian dilaksanakan pada bulan Maret 2020 dan bertempat di Laboratorium Teknik Kimia Politeknik Negeri Samarinda (POLNES).

4.2 Alat dan Bahan

4.2.1 Bahan

- a. Kulit ssingkong gajah
- b. Tepung tapioka
- c. Air
- d. Kayu bakar

4.2.2 Alat

- | | |
|-----------------------|--------------------|
| a. Kaleng pengarangan | i. Gelas ukur |
| b. Korek gas | j. Blender |
| c. Pencetak briket | k. Toples |
| d. Ayakan 100 mesh | l. Cawan |
| e. Oven | m. Tanur |
| f. Timbangan digital | n. Bom kalorimeter |
| g. Jangka sorong | o. Desikator |
| h. Stopwatch | p. Spatula |

4.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL) faktorial satu faktor. Faktor yang digunakan yaitu persentase jumlah perekat dalam briket terdiri dari 3 taraf perlakuan. Yaitu 5 %, 7 % dan 9 % kandungan perekat.

Menurut Hanafiah (2005) penentuan banyaknya ulangan menggunakan persamaan sebagai berikut

$$(t - 1)(r - 1) \geq 15$$

Dimana :

$t = Treatment/perlakuan$

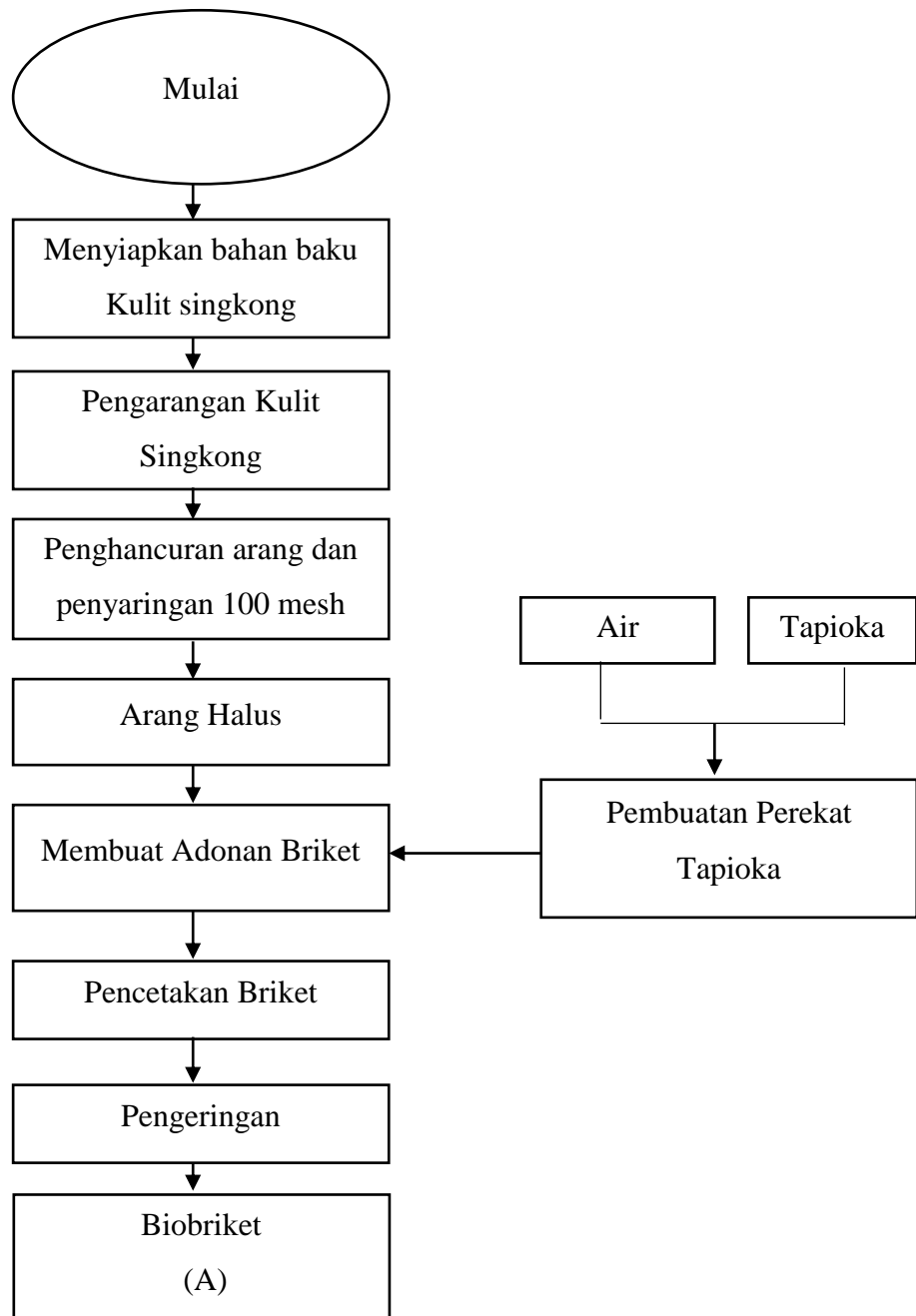
$r = Replikasi/ulangan$

Berdasarkan persamaan tersebut maka ulangan dari masing-masing perlakuan adalah 8 kali, sehingga pada penelitian ini membutuhkan 24 sampel briket yang akan diuji.

4.4 Prosedur Penelitian

4.1.1 Pembuatan Briket

Mengambil bahan baku limbah kulit singkong di kecamatan Rantau Pulung SP 7. Mengeringkan kulit singkong yang masih basah. Mengarangkan kulit singkong dengan sistem karbonisasi terbuka. Menyaring singkong dengan jaring 100 mesh. Membuat perekat dengan kadar air dan tepung 1:10 (Triono, 2006). Mencampurkan arang dengan perekat dengan komposisi perekat. 5 %, 7 % dan 9 %. Mencetak 8 gr briket dalam cetakan silinder ukuran 2 x 2 cm. Mengeringkan briket.



Gambar 2. Diagram alir pembuatan bioriket

4.4.2 Pengujian Briket

a. Rapat Jenis/Densitas

Langkah pengujian kerapatan

1. Menyiapkan peralatan (timbangan digital) dan briket.
2. Menimbang berat briket, mengukur volume briket
3. Menghitung densitas mengukur volume briket (volume silinder).

Kerapatan dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut (Nurhudah, 2018).

$$\rho = \frac{m}{v}$$

dimana

ρ = kerapatan (gram/cm³)

m = Massa (gram)

v = Volume Briket (cm³)

b. Kadar air

Memasukkan cawan porselin ke dalam oven pada suhu 105⁰ C selama 30 menit kemudian mendinginkan di dalam desikator selanjutnya menimbang bobot kosongnya (A). Menimbang sampel ±1 gram ke dalam cawan porselin yang telah diketahui bobotnya (B). Memanaskan sampel ke dalam oven pada suhu 105⁰C selama 1 jam. Mengangkat cawan kemudian mendinginkannya ke dalam desikator. Selanjutnya menimbang bobotnya hingga menghasilkan selisih massa dibawa 0,0005 gram (C). Kadar air dapat dihitung menggunakan persamaan sebagai berikut (Nurhudah, 2018).

$$Ka = \frac{B - A}{C} \times 100 \%$$

Dimana

A = Berat cawan (gram)

B = Berat cawan dan sampel (gram)

C = Berat sampel (gram)

c. Kadar Abu

Memaskan cawan porselin ke dalam oven pada suhu 105⁰C selama 30 menit kemudian mendinginkan di dalam desikator selanjutnya menimbang bobot kosongnya (A). Menimbang sampel ±1 gram ke dalam cawan porselin yang telah diketahui bobotnya (B). Memaskan sampel ke dalam tanur dengan suhu 600⁰C selama 4 jam. Memindahkan cawan dari tanur kemudian mendinginkannya ke dalam desikator selama 2 jam kemudian ditimbang hingga selisih massa dibawa 0,0005 gram (C) (Nurhudah, 2018).

$$Kadar\ Abu = \frac{B - A}{C} \times 100 \%$$

Dimana

A = Berat cawan (gram)

B = Berat cawan dan berat abu (gram)

C = Berat sampel (gram)

d. Zat mudah menguap

Cawan porselin yang telah bersih di oven dengan suhu 105⁰C selama 1 jam. Mendinginkan dalam desikator selama 30 menit kemudian

ditimbang bobot kosongnya (A). Menimbang briket sebanyak 1 gram dan dimasukkan kedalam cawan porselin yang sudah ditimbang bobot kosongnya (B). Mentanurkan pada suhu 900°C selama 4 jam dan didiamkan semalaman sampai dingin kemudian ditimbang hingga selisih massa dibawa 0,0005 gram (C) (Nurhudah, 2018).

$$\text{Zat mudah menguap} = (B_{awal} - B_{akhir}) \times 100 \%$$

Dimana

B_{awal} = Berat Sampel dan cawan sebelum ditanur (gram)

B_{akhir} = Berat sampel dan cawan sesudah ditanur (gram)

e. Karbon Tetap (*Fixed Carbon*)

Penentuan karbon terikat dapat dihitung dari 100 % dikurangi dengan kadar air, dikurangi kadar abu dan kadar zat mudah menguap (*volatile matter*) (Nurhudah, 2018)

$$FC (\%) = 100 \% - (\text{kadar air} + \text{kadar zat terbang} + \text{kadar abu}) \%$$

f. Nilai Kalor

Pengukuran nilai kalor dilakukan dengan menggunakan alat bom kalorimeter metode isoperibel. Mula-mula menimbang sampel ± 1 gram ke dalam cawan. Menyiapkan rangkaian bom kalorimeter dan memasang cawan ke rangkaian bom kalorimeter. Menghubungkan rangkaian bom kalorimeter dengan benang dan harus menyentuh sampel. Memasang rangkaian penutup pada wadah bom kalorimeter. Memasukkan air pada jaket bom kalorimeter dan memasang wadah bom kalorimeter pada jaketnya kemudian ditutup. Memanaskan air

dalam bom kalorimeter sampai hangat kemudian titrasi air dengan larutan $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 0.05 mol/liter menggunakan 2 tetes *Phenolphthalein* (B, ml) hingga terjadi perubahan warna. Menambahkan 20 ml larutan Na_2CO_3 0.05 mol/liter pada hasil titrasi pertama. Menyaring endapan yang terbentuk kemudian hasil saringan dititrasi dengan larutan HCL 0.1 mol/liter menggunakan 2 tetes indikator *Screened Methyl Orange* (A, ml). Menjalankan alat untuk melihat perubahan suhu tiap menitnya. Membuka penutup dan membersihkan wadah. Nilai kalor dengan menggunakan isoperibel bomb kalorimeter dihitung menggunakan persamaan berikut (Sari, 2011).

$$e_1 = \text{berat benang (gram)} \times \text{nilai kalor (Cal/gram)} \dots (1)$$

$$e_2 = \left[(A + B - 20) \times \frac{15.1}{4.178} \right] \dots (2)$$

$$e_2 = \left[(20 - A) \times \frac{6.0}{4.178} \right] \dots (3)$$

$$Q = \frac{[C \cdot \Delta T] - e_1 - e_2 - e_3}{m} \dots (4)$$

Dimana

Q = Nilai kalor per gram (Cal/gr)

C = Kapasitas panas (Cal°C)

m = Massa sampel (gram)

e_1 = Nilai koreksi kalor benang (Cal)

e_2 = Nilai koreksi kalor H_2SO_4 (Cal)

e_3 = Nilai koreksi kalor HNO_3 (Cal)

g. Laju Pembakaran

Pengujian laju pembakaran adalah proses pengujian dengan cara membakar briket untuk mengetahui lama nyala suatu bahan bakar, kemudian menimbang massa briket yang terbakar. Lamanya waktu penyalaan dihitung menggunakan stopwatch dan massa briket ditimbang dengan timbangan digital. Persamaan yang digunakan untuk mengetahui laju pembakaran adalah sebagai berikut (Masthura, 2019).

$$\text{Laju Pembakaran} = \frac{\text{Massa Briket}}{\text{Waktu}}$$

Dimana

Massa briket terbakar = massa briket awal – massa briket sisa (gram)

Waktu pembakaran (menit).

4.5 Analisis Data

Analisis data yang digunakan adalah rancangan acak lengkap (RAL) satu faktor. Bentuk umum model linier adidif dari rancangan acak lengkap adalah sebagai berikut.

$$Y_{ij} = \mu_i + \tau_i + \varepsilon_{ij} \text{ atau } Y_{ij} = \mu_i + \varepsilon_{ij}$$

Keterangan :

i = 1, 2, ..., 4 dan j = 1, 2

Y_{ij} = Pengamatan pada perlakuan ke- i dan ulangan ke- j

μ = Rataan umum

τ_i = Pengaruh perlakuan ke-i

ε_{ij} = Pengaruh acak pada perlakuan ke-i dan ulangan ke-j

Analisis rancangan acak lengkap dilakukan dengan mengikuti langkah-langkah sebagai berikut.

4.5.1 Menentukan hipotesis

Bentuk hipotesis yang di uji

H_0 : $\tau_1 = \dots = \tau_4 = 0$ (perlakuan tidak berpengaruh terhadap respon yang diamati).

H_1 : paling sedikit ada satu i dimana $\tau_i \neq 0$

Taraf uji : $\alpha = 0,05$

Kriteria Uji : Tolak H_0 jika nilai F-hitung $>$ F-tabel($\alpha: 0,05$) atau sig. $<$ α

Keputusan : H_0 ditolak/ H_0 diterima

Kesimpulan : Paling sedikit ada satu pengaruh perlakuan terhadap respon yang diamati/ perlakuan tidak berpengaruh terhadap respon yang diamati.

4.5.2 Pengacakan

Pengacakan yaitu setiap unit percobaan harus memiliki peluang yang sama untuk diberi suatu perlakuan tertentu. Pengacakan perlakuan pada unit-unit percobaan dapat menggunakan tabel bilangan acak, sistem lotere secara manual atau dapat juga menggunakan komputer (Mattjik dan Sumertajaya, 2000 dalam jurnal Adinugraha, 2014).

Tabel 3. Tabel pengamatan untuk rancangan acak lengkap

Perlakuan	Ulangan								Total
	1	2	3	4	5	6	7	8	
P5	X ₁₁	X ₁₂	X ₁₃	X ₁₄	X ₁₅	X ₁₆	X ₁₇	X ₁₈	ΣX _{1x}
P7	X ₂₁	X ₂₂	X ₂₃	X ₂₄	X ₂₅	X ₂₆	X ₂₇	X ₂₈	ΣX _{2x}
P9	X ₃₁	X ₃₂	X ₃₃	X ₃₄	X ₃₅	X ₃₆	X ₃₇	X ₃₈	ΣX _{3x}
Total	ΣX _{x1}	ΣX _{x2}	ΣX _{x3}	ΣX _{x4}	ΣX _{x5}	ΣX _{x6}	ΣX _{x7}	ΣX _{x8}	ΣX

Pada Tabel 3 P5, P7 dan P9 adalah perlakuan perbandingan arang dan tapioka. Briket P5 adalah perekat 5 % dengan arang 95 %, P7 adalah perekat 7 % dengan arang 93 % dan P9 adalah perekat 9 % dengan arang 91 %. 1 sampai 8 adalah ulangan pengambilan data.

4.5.3 Menentukan F Hitung

Tabel 4. *Analysis of Variance* (ANOVA) untuk Rancangan Acak Lengkap

Sumber Keragaman	Derajat bebas	Jumlah Kuadrat	Kuadrat Tengah	F hitung
Perlakuan	t-1	JKP	KTP	KTP/
Galat	t(r-1)	JKG	KTG	KTG
Total	tr-1	JKT		

Pada Tabel 4 rumus perhitungan yang digunakan untuk menentukan jumlah kuadrat, kuadrat tengah dan F Hitung adalah sebagai berikut.

a. Faktor koreksi

$$FK = \frac{\sum X_{ij}^2}{rt}$$

b. Jumlah Kuadrat

$$JKT = \sum_{i=1}^t \sum_{j=1}^r X_{ij}^2 - FK$$

$$JKP = \sum_{i=1}^t \frac{X_{ij}^2}{r} - FK$$

$$JKG = JKT - JKP$$

c. Kuadrat Tengah

$$KTP = \frac{JKP}{dbp}$$

$$KTG = \frac{JKG}{dbg}$$

d. F hitung

$$F_{hitung} = \frac{KTP}{KTG}$$

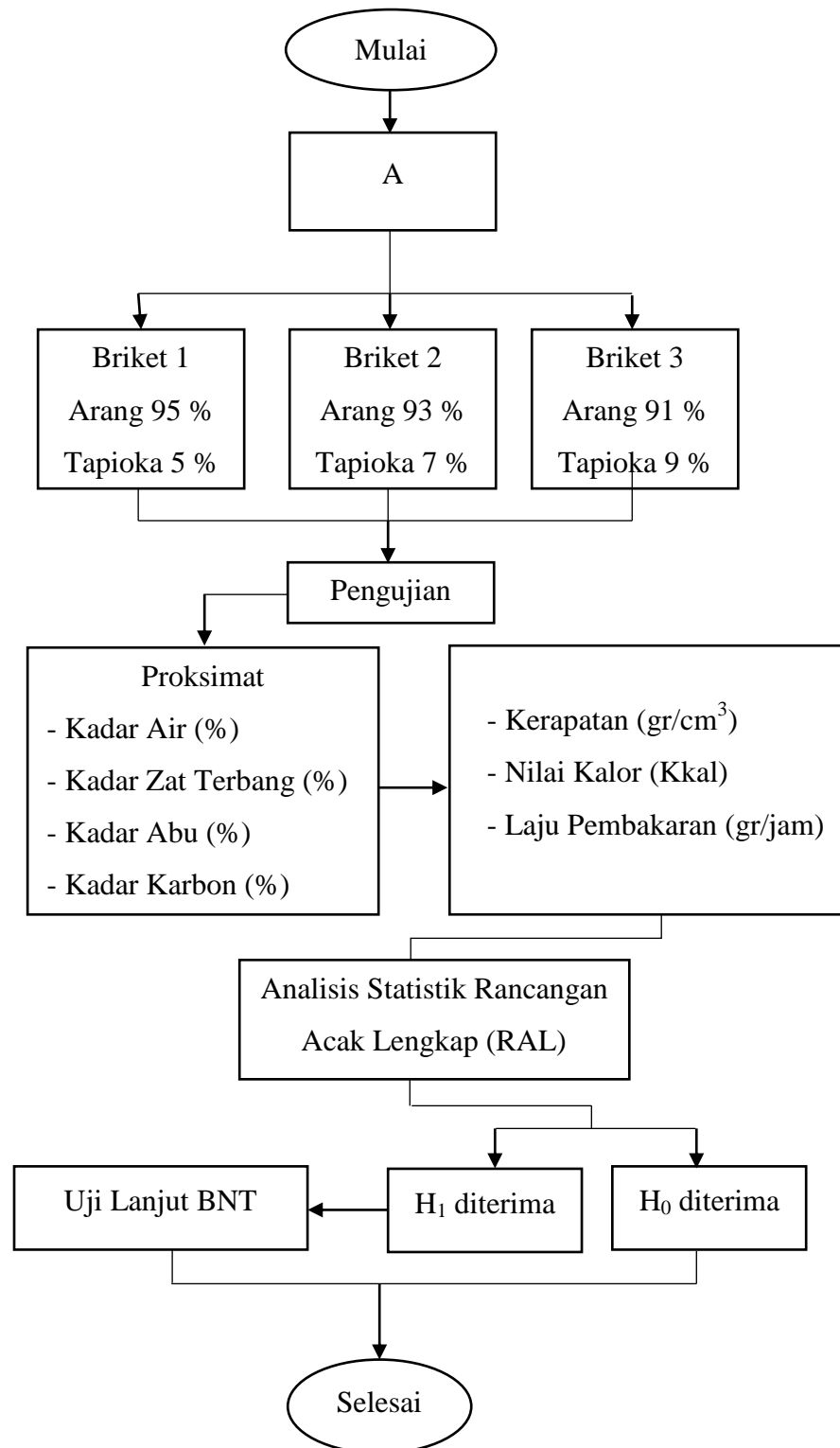
4.5.4 Penarikan Kesimpulan

Statistik uji $F_{hitung} = KTP/KTG$ mengikuti sebaran F dengan derajat bebas pembilang sebesar $t-1$ dan derajat bebas penyebut sebesar $t(r-1)$. Dengan demikian jika nilai F_{hitung} lebih besar dari $F_{\alpha, db1, db2}$ maka hipotesis nol ditolak dan berlaku sebaliknya (Adinugraha, 2014).

4.5.6 Uji Lanjut

Uji lanjut dilakukan apabila uji F hitung signifikan dalam analisis ragam untuk mengetahui beda tiap perlakuan. Uji lanjut yang digunakan pada taraf nyata $\leq 5\%$ dan kombinasi perlakuan ≤ 3 perlakuan adalah uji BNT. Persamaan uji BNT adalah sebagai berikut (Susilawati, 2015).

$$BNT(a) = t_{\frac{\alpha}{2}, dbg} \sqrt{\frac{2KTG}{r}}$$



Gambar 3. Diagram Alir Penelitian