

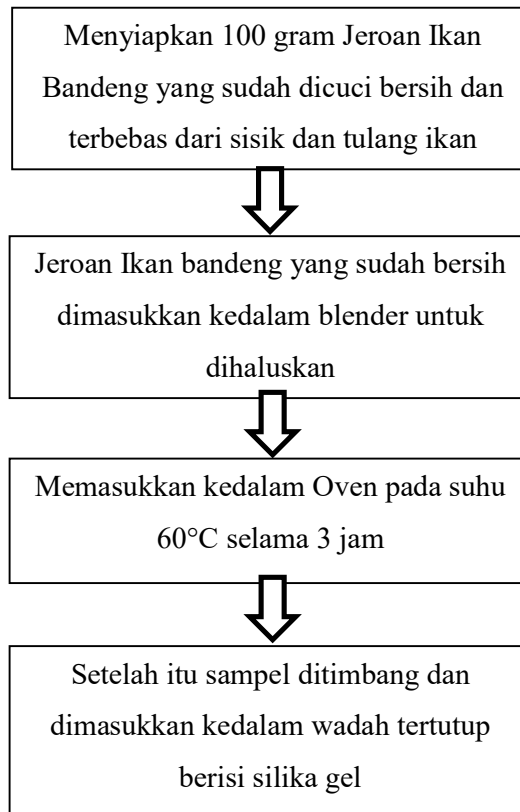
BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tahapan Penelitian

Dalam penelitian ini, terdapat beberapa tahap yang akan dilakukan dengan diagram alir sebagai berikut :

3.1.1 Tahap Preparasi Sampel

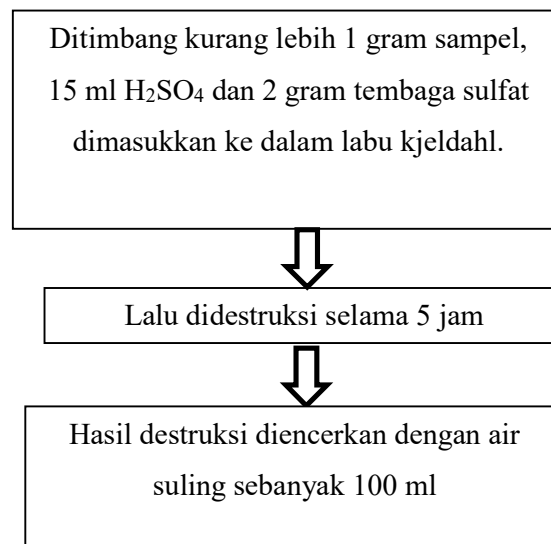
Berikut ini merupakan diagram alir tahap preparasi sampel limbah jeroan ikan bandeng adalah sebagai berikut :



Gambar 3.1 Tahap Preparasi Sampel

3.1.2 Ekstraksi Nitrogen Limbah Jeroan Ikan Bandeng

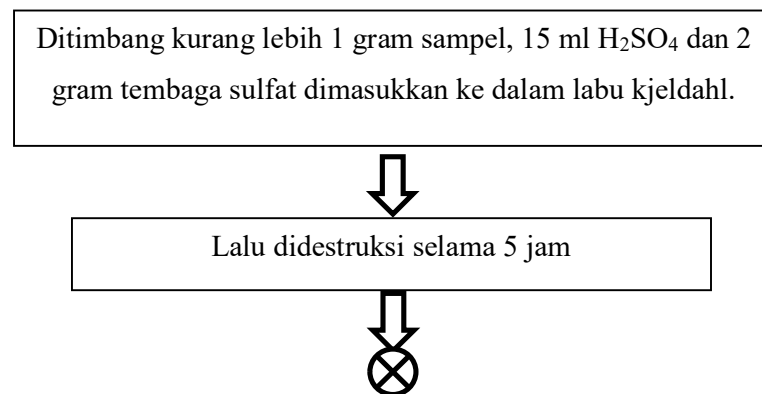
Berikut ini merupakan diagram alir ekstraksi nitrogen dalam limbah jeroan ikan bandeng adalah sebagai berikut:

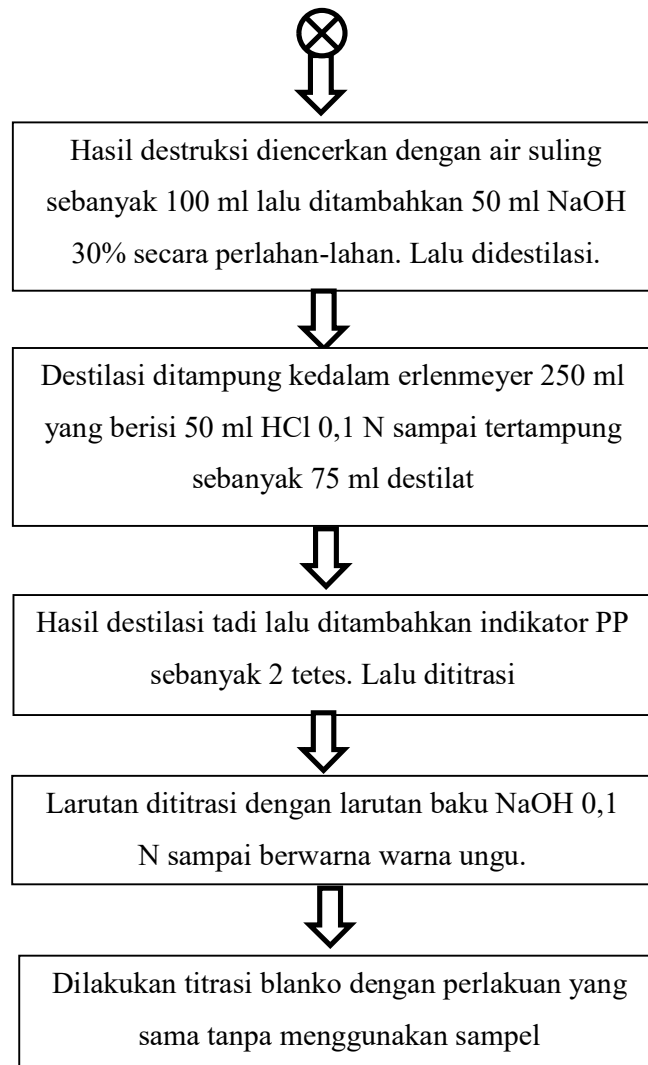


Gambar 3.2 Ekstraksi Nitrogen

3.1.3 Analisa Kadar Nitrogen Dalam Limbah Jeroan Ikan Bandeng

Berikut ini merupakan diagram alir Analisa kadar nitrogen dalam limbah jeroan ikan bandeng adalah sebagai berikut :

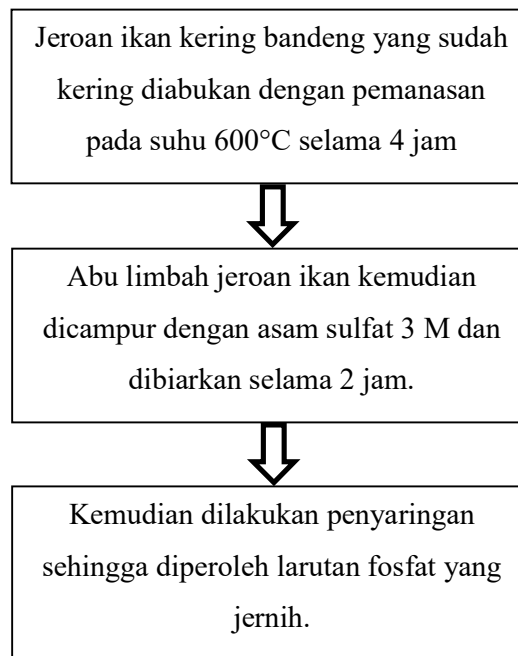




Gambar 3.3 Analisa kadar nitrogen dalam limbah jeroan ikan bandeng

3.1.4 Ekstraksi Fosfor Limbah Jeroan Ikan Bandeng

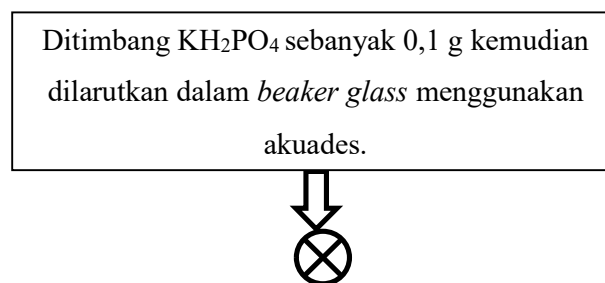
Berikut ini merupakan diagram alir ekstraksi fosfat dalam limbah jeroan ikan bandeng adalah sebagai berikut:

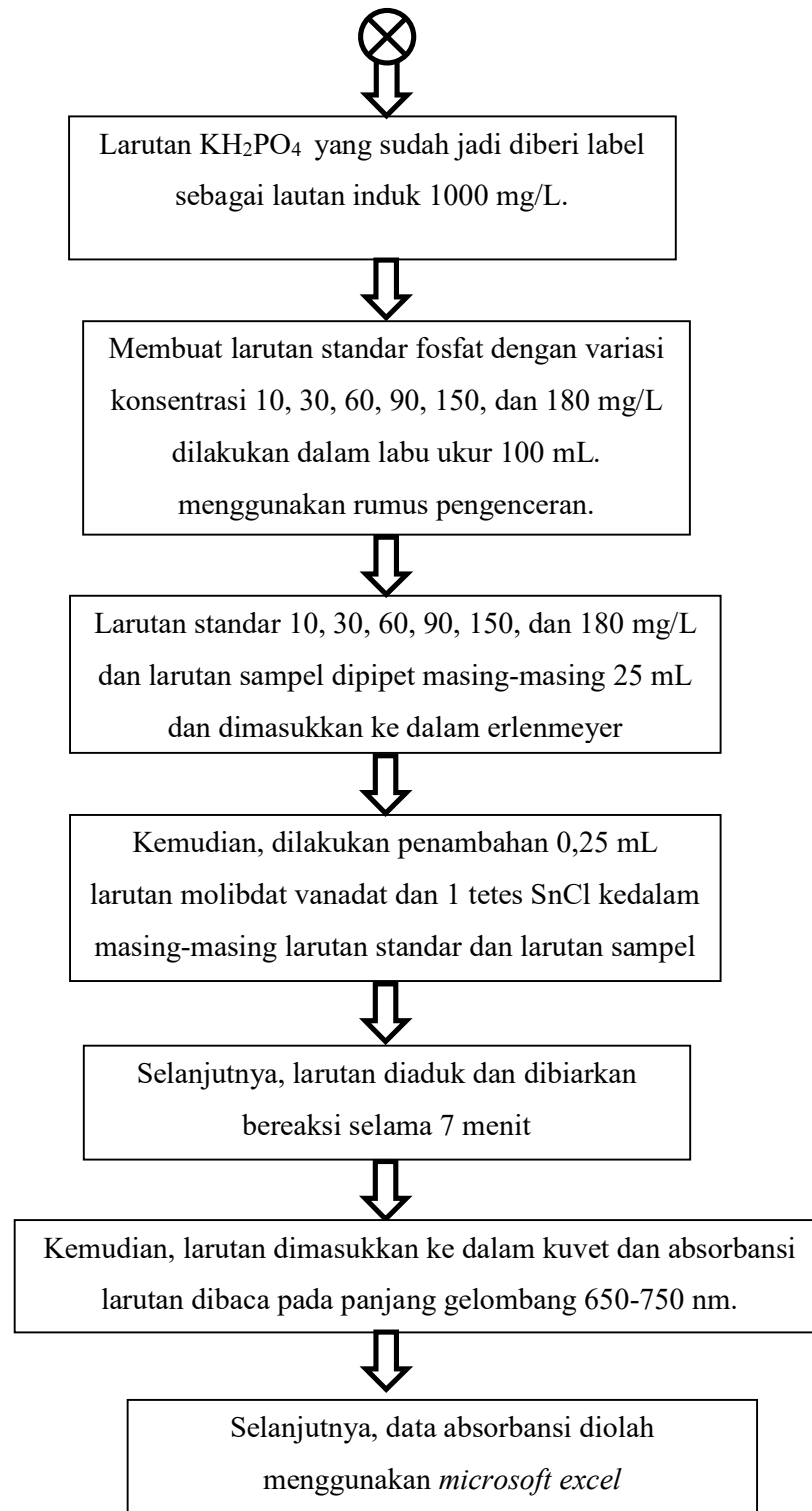


Gambar 3.4 Ekstraksi Fosfor

3.1.5 Analisa kadar fosfor dalam limbah jeroan ikan bandeng dengan metoda Kjeldahl

Berikut ini merupakan diagram alir Analisa kadar fosfor dalam limbah jeroan ikan bandeng adalah sebagai berikut :

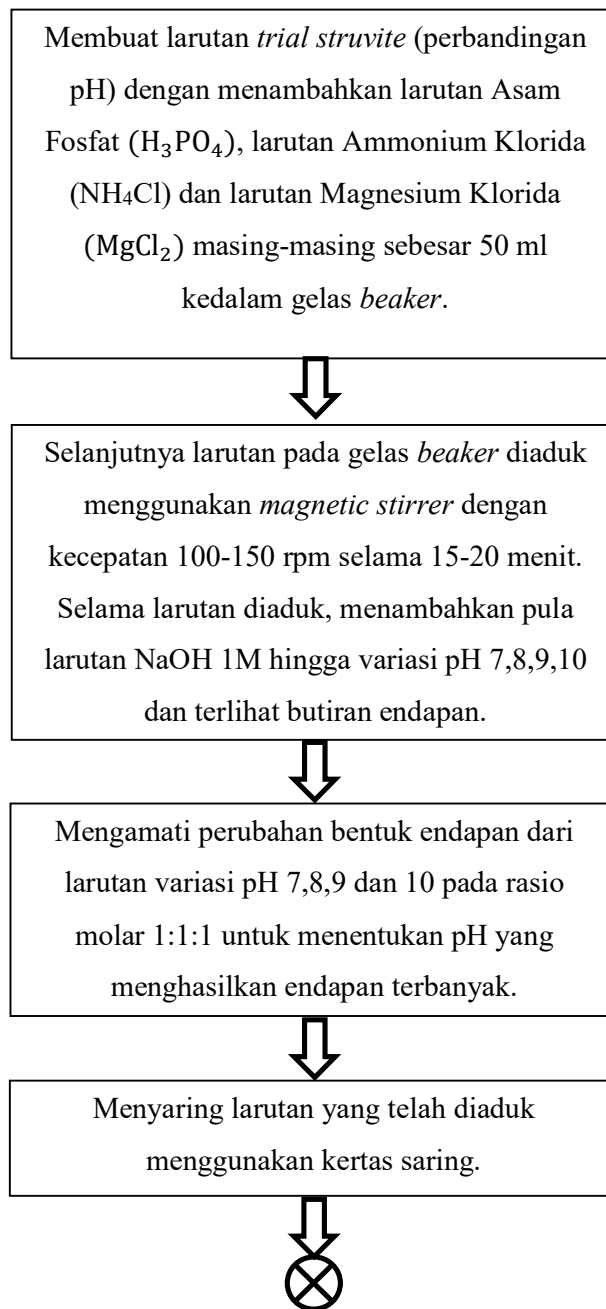


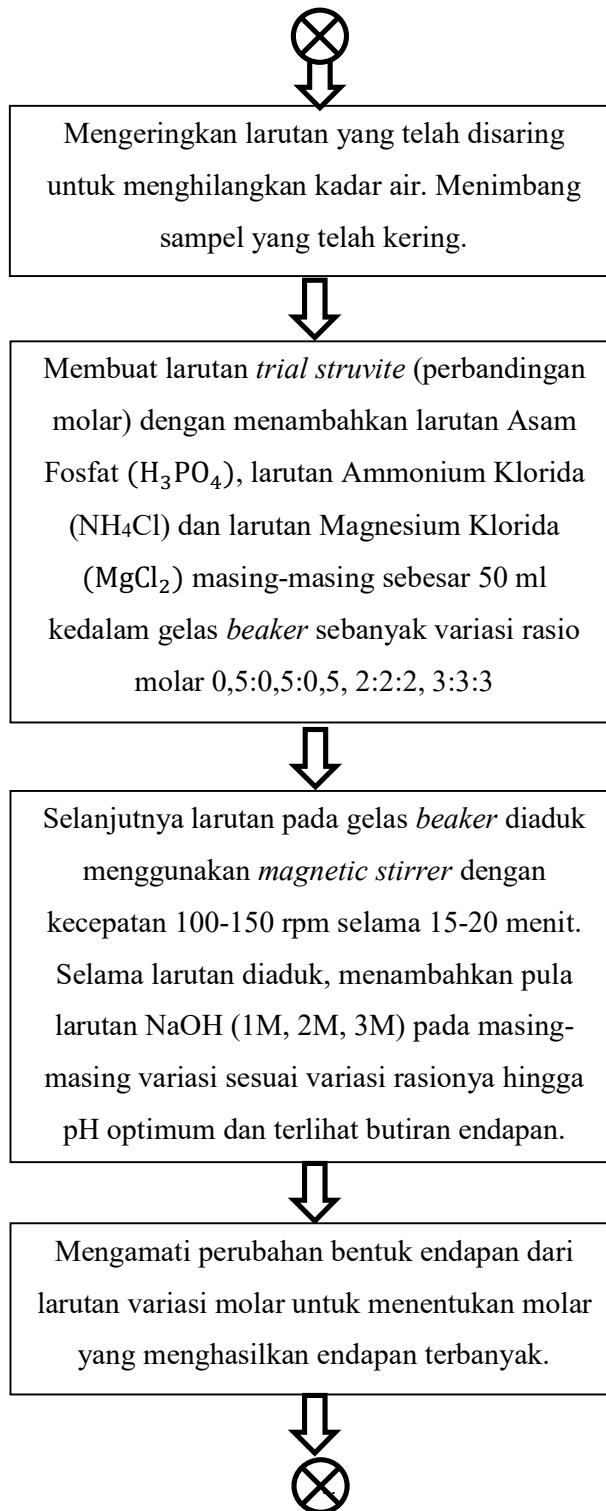


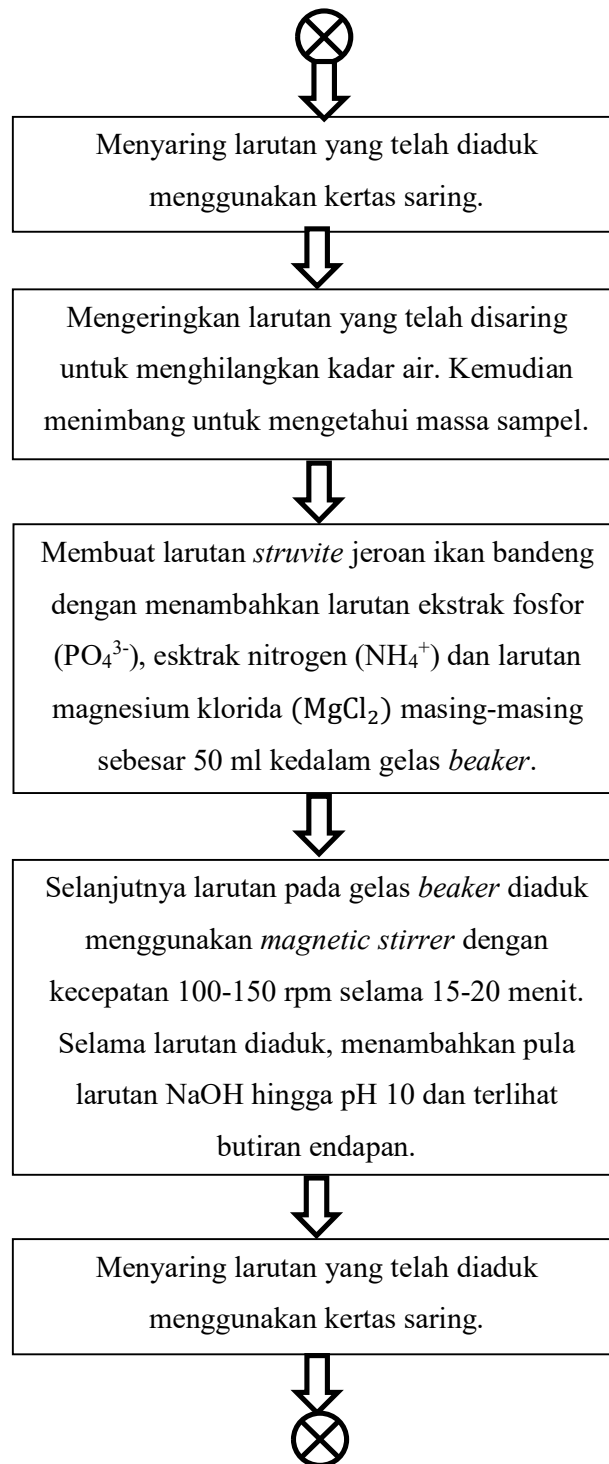
Gambar 3.5 Analisa kadar fosfor dalam limbah jeroan ikan bandeng

3.1.6 Pembentukan Struvit

Berikut ini merupakan diagram alir pembentukan struvit dalam limbah jeroan ikan bandeng adalah sebagai berikut:









Mengeringkan larutan yang telah disaring untuk menghilangkan kadar air. Kemudian menimbang sampel untuk mengetahui berat massa

Gambar 3.6 Pembentukan Struvit

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Pemilihan Preparasi Sampel

Limbah jeroan ikan dipotong-potong dan dikeringkan pada suhu 60°C dalam oven selama 24 jam.

3.2.2 Ekstraksi Nitrogen Dari Limbah Jeroan Ikan Bandeng

Ditimbang kurang lebih 1 gram sampel dan dimasukkan ke dalam labu kjeldahl. Ditambahkan 15 ml H₂SO₄ dan 2 gram selenium, lalu didestruksi selama 5 jam. Setelah sempurna larutan lalu didinginkan. Hasil destruksi diencerkan dengan air suling sebanyak 100 ml.

3.2.3 Analisa kadar nitrogen dalam limbah jeroan ikan bandeng.

Ditimbang kurang lebih 1 gram sampel dan dimasukkan ke dalam labu kjeldahl. Ditambahkan 15 ml H₂SO₄ dan 2 gram selenium, lalu didestruksi selama 5 jam. Setelah sempurna larutan menjadi jernih dan didinginkan. Hasil destruksi diencerkan dengan air suling sebanyak 100 ml lalu ditambahkan 50 ml NaOH 30% secara perlahan-lahan, selanjutnya didestilasi. Destilasi ditampung kedalam erlenmeyer 250 ml yang berisi 50 ml HCl 0,1 N. Proses destilasi selesai jika destilat yang ditampung lebih kurang 75 ml. Hasil destilasi lalu ditambahkan indikator PP sebanyak 2 tetes lalu dititrasi dengan larutan baku NaOH 0,1 N. Titik akhir titrasi ditandai dengan warna ungu yang pertama dan

tetap selama 30 detik. Dilakukan titrasi blanko dengan perlakuan yang sama tanpa menggunakan sampel.

3.2.4 Ekstraksi Fosfor Dari Limbah Jeroan Ikan Bandeng

Ekstraksi fosfat menggunakan metode Darwish, et al., 2017, dengan modifikasi. Limbah jeroan ikan yang sudah kering kemudian diabukan dengan pemanasan pada suhu 600°C selama 4 jam. Abu limbah jeroan ikan kemudian dicampur dengan asam sulfat 3 M dan dibiarkan selama 2 jam. Kemudian dilakukan penyaringan sehingga diperoleh larutan fosfat yang jernih.

3.2.5 Analisa kadar fosfor dalam limbah jeroan ikan bandeng dengan metoda Kjeldahl.

Kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4) ditimbang sebanyak 0,1 g kemudian dilarutkan dalam beaker glass menggunakan akuades. Selanjutnya, ditandabatkan ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan induk fosfat tersebut akan dijadikan sebagai larutan induk dalam pembuatan larutan standar fosfat dengan berbagai macam konsentrasi. Selanjutnya, Pembuatan larutan standar fosfat dengan variasi konsentrasi 10, 20, 40, 80, 160, 320 dan 740 mg/L dilakukan dalam labu ukur 100 mL menggunakan rumus pengenceran. Pembuatan larutan standar fosfat dilakukan sekuantitatif mungkin agar dapat menghasilkan kurva kalibrasi yang linear. Lalu, larutan standar fosfat dengan variasi konsentrasi 10, 30, 60, 90, 150, 180 mg/L dan larutan sampel masing-masing dipipet sebanyak 25 mL menggunakan pipet volume dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Kemudian, dilakukan penambahan 0,25 mL larutan molibdat vanadat dan 1 tetes SnCl pada tiap variasi larutan standar dan larutan sampel. Selanjutnya, larutan diaduk dan dibiarkan bereaksi selama 7 menit. Kemudian, larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan absorbansi larutan dibaca pada panjang gelombang 650-750 nm. Selanjutnya, data absorbansi dari

masing-masing larutan standar dibuat kurva hubungan antara konsentrasi dan absorbansi menggunakan microsoft excel sehingga didapatkan persamaan garis regresi linear $y = ax + b$ dan nilai koefisien korelasi (R^2) yang menunjukkan linearitas kurva baku tersebut.

3.2.6 Pembentukan Struvit

Membuat larutan *trial struvite* (perbandingan pH) dengan menambahkan larutan Asam Fosfat (H_3PO_4), larutan Ammonium Klorida (NH_4Cl) dan larutan Magnesium Klorida ($MgCl_2$) masing-masing sebesar 50 ml kedalam gelas *beaker*. Selanjutnya larutan pada gelas *beaker* diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 100-150 rpm selama 15-20 menit. Selama larutan diaduk, menambahkan pula larutan NaOH 1M hingga variasi pH 7,8,9,10 dan terlihat butiran endapan. Mengamati perubahan bentuk endapan dari larutan variasi pH 7,8,9 dan 10 pada rasio molar 1:1:1 untuk menentukan pH yang menghasilkan endapan terbanyak. Menyaring larutan yang telah diaduk menggunakan kertas saring. Mengeringkan larutan yang telah disaring untuk menghilangkan kadar air. Menimbang sampel yang telah kering.

Membuat larutan *trial struvite* (perbandingan molar) dengan menambahkan larutan Asam Fosfat (H_3PO_4), larutan Ammonium Klorida (NH_4Cl) dan larutan Magnesium Klorida ($MgCl_2$) masing-masing sebesar 50 ml kedalam gelas *beaker* sebanyak variasi rasio molar 0,5:0,5:0,5, 2:2:2, 3:3:3. Selanjutnya larutan pada gelas *beaker* diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 100-150 rpm selama 15-20 menit. Selama larutan diaduk, menambahkan pula larutan NaOH (1M, 2M, 3M) pada masing-masing variasi sesuai variasi rasionya hingga pH optimum dan terlihat butiran endapan. Mengamati perubahan bentuk endapan dari larutan variasi molar untuk

menentukan molar yang menghasilkan endapan terbanyak. Menyaring larutan yang telah diaduk menggunakan kertas saring. Mengeringkan larutan yang telah disaring untuk menghilangkan kadar air. Kemudian menimbang untuk mengetahui massa sampel.

Pembentukan struvit menggunakan metode yang dilakukan oleh Zulaikha, et al, 2020) membuat larutan *struvite* jeroan ikan bandeng dengan menambahkan larutan ekstrak fosfat (PO_4^{3-}), ekstrak ammonia (NH_4^+) dan larutan magnesium klorida (MgCl_2) masing-masing sebesar 50 ml kedalam gelas *beaker*. Selanjutnya larutan pada gelas *beaker* diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 100-150 rpm selama 15-20 menit. Selama larutan diaduk, menambahkan pula larutan NaOH hingga pH 10 dan terlihat butiran endapan. Menyaring larutan yang telah diaduk menggunakan kertas saring. Mengeringkan larutan yang telah disaring untuk menghilangkan kadar air. Proses pengeringan ini menggunakan suhu ruang. Selanjutnya menimbang *struvite* yang telah kering untuk mengetahui berat massanya.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Dibawah ini merupakan alat-alat yang digunakan untuk penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. Batang Pengaduk
- b. Bulb
- c. Cawan Petri
- d. Corong
- e. Erlenmeyer
- f. Gelas Ukur
- g. Hotplate
- h. Kertas Saring
- i. Kondensor

- j. Kuvet
- k. Labu Didih
- l. Labu Distilasi
- m. Labu Kjeldhal
- n. Labu Ukur
- o. *Magnetic Stirrer*
- p. Panci
- q. Pipet Tetes
- r. Pipet Volume
- s. Ph Meter
- t. Spektrofotometer Uv-Vis
- u. Statif
- v. Timbangan Digital
- w. Oven

3.3.2 Bahan

Dibawah ini merupakan bahan-bahan yang digunakan untuk penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. Asam Klorida (HCl)
- b. Asam Sulfat (H₂SO₄)
- c. Aquades
- d. Indikator Penolpthelein
- e. Jeroan Ikan Bandeng
- f. Kalium Dihidrogen Fosfat (*KH₂PO₄*)
- g. Larutan Asam Fosfat (H₃PO₄)
- h. Larutan Molibdat Vanadat
- i. Natrium Hidroksida (NaOH)
- j. Padatan Amonium Klorida (NH₄Cl)
- k. Padatan Magnesium Klorida (MgCl₂)
- l. Tembaga Sulfat (CuSO₄)
- m. Timah (II) klorida (SnCl₂)

3.4 Variabel Penelitian

Penelitian ini dipengaruhi oleh 2 variabel yakni variabel tetap yakni molar struvit, dan variabel berubah yakni rasio fosfat Amonium dan Magnesium dan pH larutan.