

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisa Nitrogen Pada Jeroan Ikan Bandeng

Penelitian analisa kadar nitrogen pada jeroan ikan bandeng dilakukan secara kuantitatif untuk mengetahui besarnya kadar nitrogen dalam sampel. Analisa kuantitatif yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode kjeldahl yang merupakan metode sederhana yang digunakan untuk menganalisa kadar protein kasar dalam bahan makanan secara tidak langsung, misalnya pada asam amino, protein dan senyawa lain yang mengandung nitrogen, karena yang dianalisis dengan cara ini adalah kadar nitrogennya. Dengan mengalikan hasil analisis tersebut dengan angka konversi 6,25 maka diperoleh kadar protein. (Syafruddin, dkk. 2016)

Pada penelitian ini ditahap preparasi sampel suhu digunakan sebesar 60 °C dikarenakan protein pada limbah jeroan ikan bandeng maka protein yang ada didalam makanan akan berubah bentuk. Meskipun perubahan yang terjadi tidak terlalu banyak, kondisi ini dapat menyebabkan makanan sumber protein tersebut mengalami penyusutan dan kehilangan kelembabannya.

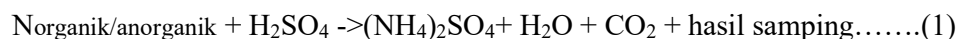


(a)

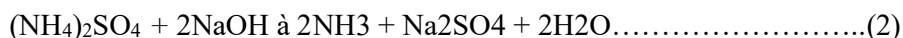
(b)

Gambar 4.1 (a) Penghalusan Jeroan Ikan Bandeng (b) Proses Pengovenan Jeroan Ikan Bandeng

Dalam metode kjeldahl terdapat 3 tahap kerja yaitu tahap destruksi, tahap destilasi, dan tahap titrasi. Pada tahap destruksi, ditambahkan asam sulfat (H_2SO_4) pekat untuk mempercepat proses destruksi. Hal tersebut dikarenakan asam sulfat pekat salah satu larutan pengoksidasi yang kuat. Lalu, ditambahkan katalisator $CuSO_4$ untuk mempertinggi titik didih asam sulfat sehingga destruksi berjalan lebih cepat. Sampel didestruksi hingga larutan berwarna jernih yang mengindikasikan bahwa proses destruksi telah selesai. Pada tahap destruksi ini protein dipecah menjadi C, H dan O yang kemudian akan teroksidasi sehingga tersisa unsur Nitrogen yang bereaksi dengan H_2SO_4 membentuk ammonium sulfat ($(NH_4)_2SO_4$) dengan reaksi sebagai berikut :



Pada tahap destilasi, ammonium sulfat ($(NH_4)_2SO_4$) dipecah menjadi ammonia (NH_3) dengan penambahan NaOH sampai alkalis dan dipanaskan.



Ammonia yang dibebaskan selanjutnya akan ditangkap oleh lautan asam standar. Asam standar yang dipakai adalah asam klorida dan juga ditambahkan 2 tetes Indikator Penolpthelein agar kontak antara asam ammonia lebih baik. Lalu dititrasi dengan menggunakan larutan NaOH 0,1 N. Titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna larutan dari bening menjadi warna ungu.



(a)



(b)



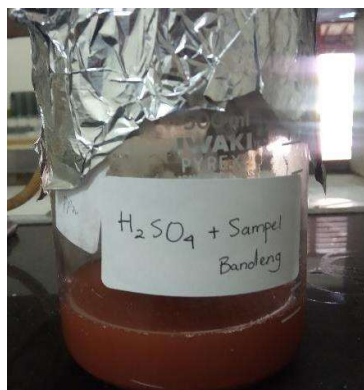
(c)

Gambar 4.2 (a) Proses Destruksi, (b) Proses Destilasi, dan (c) Proses Titrasi

Hasil analisa kuantitatif kadar Nitrogen Total menunjukkan bahwa terdapat 0,63% kadar Nitrogen total pada jeroan ikan bandeng.

4.2 Analisa Fosfat pada Jeroan Ikan Bandeng

Analisis kadar posforus (P) pada sampel jeroan ikan bandeng menggunakan metode pengabuan basah dan dilanjutkan dengan metode spektrofotometri. Dalam tahap awal, sampel diekstraksi dengan cara menambahkan larutan asam sulfat (H_2SO_4) 3M dan dibiarkan selama 2 jam. Kemudian dilakukan penyaringan sehingga diperoleh larutan fosfat yang jernih. Larutan asam sulfat tersebut merupakan oksidator kuat. Penggunaan larutan asam sulfat pekat akan mengoksidasi bahan organik yang berikatan dengan fosfat, sehingga fosfat menjadi senyawa bebas (terlarut).



(a)



(b)

Gambar 4.3 (a) hasil ekstraksi sampel (b) hasil penyaringan sampel

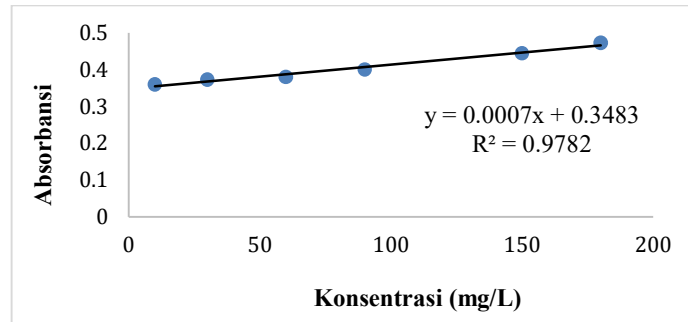
Tahapan selanjutnya yaitu membuat larutan induk fosfat 1000 mg/L dan larutan induk fosfat tersebut akan dijadikan sebagai larutan induk dalam pembuatan larutan standar fosfat dengan variasi konsentrasi 10, 30, 60, 90, 150, 180 mg/L. Prinsip dari analisis fosfat menggunakan spektrofotometri sinar tampak adalah ion orto-fosfat dengan molibdat vanadat dalam suasana asam akan membentuk asam molybdophosphoric yang kemudian direduksi oleh Stannous Klorida (SnCl_2) menjadi molibdenum berwarna biru yang intens. Warna biru yang dihasilkan berbanding lurus dengan konsentrasi fosfat. (Ngibad, 2019)

Selanjutnya yaitu pembuatan kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi ini diperoleh dari pengukuran larutan standar posforus (10-180 ppm) dengan menggunakan pada panjang gelombang maksimum yaitu 750 nm. Penentuan konsentrasi fosfat menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang visible (sinar tampak) karena larutan yang diukur absorbansinya adalah berwarna. Kurva kalibrasi tersebut dibuat menggunakan *Microsoft Excel* dengan cara melihat korelasi antara kadar larutan fosfat standar dan absorbansinya yang akan menghasilkan persamaan $y = ax + b$. Berikut ini didapatkan hasil data pengukuran absorbansi dalam pembuatan kurva kalibrasi.

Tabel 4.1 Hasil Data Absorbansi Kurva Kalibrasi

Konsentrasi mg/L	Absorbansi (A)
10	0.36
30	0.373
60	0.38
90	0.4
150	0.444
180	0.473

Berdasarkan data tabel diatas dapat digunakan untuk membuat kurva kalibrasi diukur dari konsentrasi mg/L.



Gambar 4.4 Kurva Kalibrasi Fosfat

Berdasarkan hasil kurva kalibrasi fosfat tersebut dapat diperoleh hasil regresi $y = 0.0007x + 0.3483$. Selanjutnya hasil persamaan regresi ini digunakan untuk mencari nilai konsentrasi fosfat pada sampel jeroan ikan bandeng. Hasil absorbansi dari sampel jeroan ikan bandeng didapatkan sebesar 0.3490 dimana dapat diketahui bahwa hasil absorbansi yang didapatkan lebih kecil dari rentang konsentrasi 10-180 mg/L. Maka berdasarkan hal tersebut, digunakan persamaan $y = mx$ untuk mencari nilai konsentrasi dari limbah jeroan ikan bandeng.

$$A_{st} = k \cdot C_{st} \dots\dots\dots(1)$$

$$0.36 = k \cdot 10 \text{ mg/L}$$

$$k = 0.036$$

$$A_{sp} = k \cdot C_{sp} \dots\dots\dots(2)$$

$$0.3490 = 0.036 \cdot C_{sp}$$

$$C_{sp} = 9.69 \text{ mg/L}$$

Keterangan :

A_{st} = Absorbansi larutan standar

C_{st} = Konsentrasi larutan standar

A_{sp} = Absorbansi sampel

C_{sp} = Konsentrasi sampel

Maka, diperoleh hasil konsentrasi dari limbah jeroan ikan bandeng yakni sebesar 9,69 mg/L atau sebesar 0,000969%.

4.3 Pembentukan Struvit

Kristalisasi struvit adalah suatu proses pembentukan kristal padat dari suatu larutan induk yang homogen. Pada penelitian ini pembentukan *struvite* dilakukan percobaan terlebih dahulu dengan mereaksikan senyawa Mg^{2+} (magnesium) dari larutan $MgCl_2$, senyawa NH_4^+ (amonium) dari larutan NH_4Cl , dan senyawa PO_4^{3-} (fosfat) dari larutan H_3PO_4 dengan besaran molar yang sama yakni 1M. Sehingga nantinya akan terbentuk reaksi kimia sebagai berikut :



Dari reaksi pembentukan struvite diatas akan ditentukan pada keadaan berapa pH dan molar yang tepat sehingga membentuk *struvite* yang lebih banyak, dari data tersebut nantinya akan digunakan untuk studi kasus menggunakan limbah jeroan ikan bandeng.

1. Pengaruh pH pada Pembentukan *Struvite*

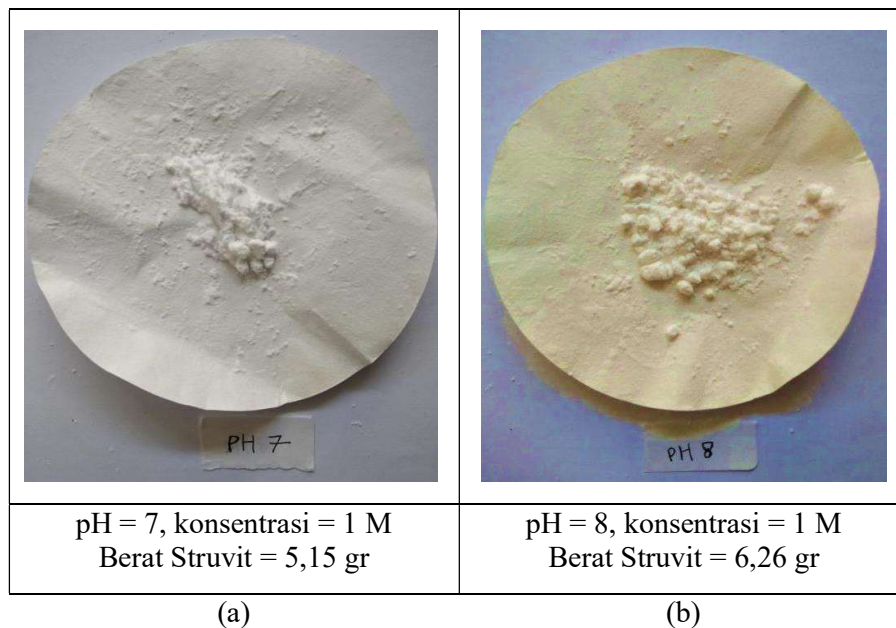
PH larutan adalah parameter yang paling penting pada proses kristalisasi struvite. Pembentukan struvite tersebut terjadi jika Ion Activity Product (IAP) dari Mg^{2+} , NH_4^+ , dan PO_4^{3-} lebih besar dari Solubility Product (KSP). Pengaruh pH larutan merupakan salah satu faktor yang paling penting untuk proses reaksi pembentukan kristal *struvite*. Peningkatan pH larutan dari 8 - 9 mengakibatkan efisiensi recovery fosfat sampai 80% dan terjadi penurunan ketika pH larutan diatas 10. Hal ini dikarenakan pada pH diatas 10 akan cenderung membentuk $Mg(OH)_2$ sehingga menurunkan ketersediaan ion Mg^{2+} yang dapat menurunkan produktivitas pembentukan kristal *struvite* (Edahwati L dkk, 2021). Berdasarkan penelitian ini, variasi yang digunakan yaitu berada pada rentang antara pH 7, 8, 9 dan 10. Hasil dari pembentukan *struvite* variasi pH dapat dilihat pada tabel berikut ini :

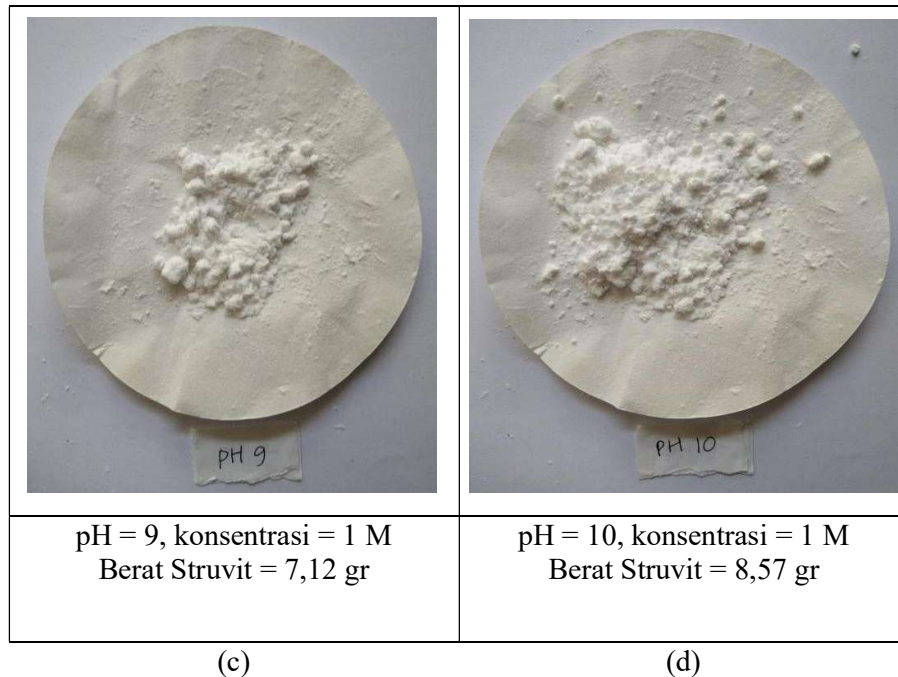
Tabel 4.2 Data Percobaan Pembuatan *Struvite*

No.	Molar	pH	Keterangan
1.	MgNH ₄ PO ₄ 6H ₂ O 1M	1	-
2.		7	+
3.		8	++
4.		9	+++
5.		10	+++

Keterangan : (□) = Tidak terjadi pembentukan *struvite*

(+) = Terjadi pembentukan *struvite*





Gambar 4.5 Variasi pH Pada Pembentukan Struvit

Pada variasi pH 7, 8, 9 dan 10 *struvite* yang terbentuk berbentuk bubuk berwarna putih jernih. Hasil variasi pH 10 menunjukkan pembentukan *struvite* terbaik hal ini ditinjau dari hasil berat massa *struvite* yang lebih banyak dibandingkan dengan 3 variasi lainnya. Pembentukan *struvite* dipengaruhi oleh pH larutan, semakin meningkatnya pH larutan maka semakin banyaknya endapan kristal yang akan terbentuk. Hal ini dapat dilihat pada variasi pH 10 yang menunjukkan berat massa *struvite* lebih banyak.

2. Pengaruh Ratio Molar pada Pembentukan *Struvite*

Ratio molar memiliki pengaruh yang penting dalam pembentukan *struvite*. Perbandingan molar reaktan PO_4 dan Mg adalah salah satu parameter yang dapat berpengaruh terhadap proses pembentukan *struvite* kristal. Pada pH tertentu, setiap peningkatan molar rasio reaktan $Mg : PO_4$ akan meningkatkan derajat kejenuhan terhadap pembentukan *struvite* akan meningkatkan persentase penyisihan PO_4 didalam larutan (Capdevielle

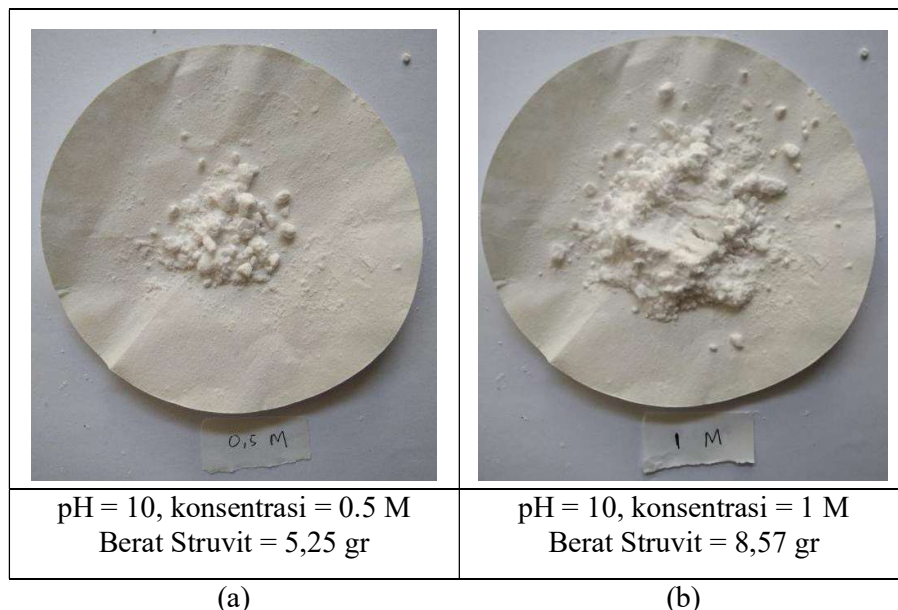
dkk, 2013). Secara teori perbandingan molar rasio reaktan adalah $Mg^{2+} : NH_4^+ : PO_4^{3-}$ 1:1:1. Berdasarkan penelitian ini, variasi yang digunakan yaitu berada pada rentang antara molar 0,5:0,5:0,5, 1:1:1, 2:2:2, 3:3:3. Hasil dari pembentukan struvit variasi molar dapat dilihat pada tabel berikut ini :

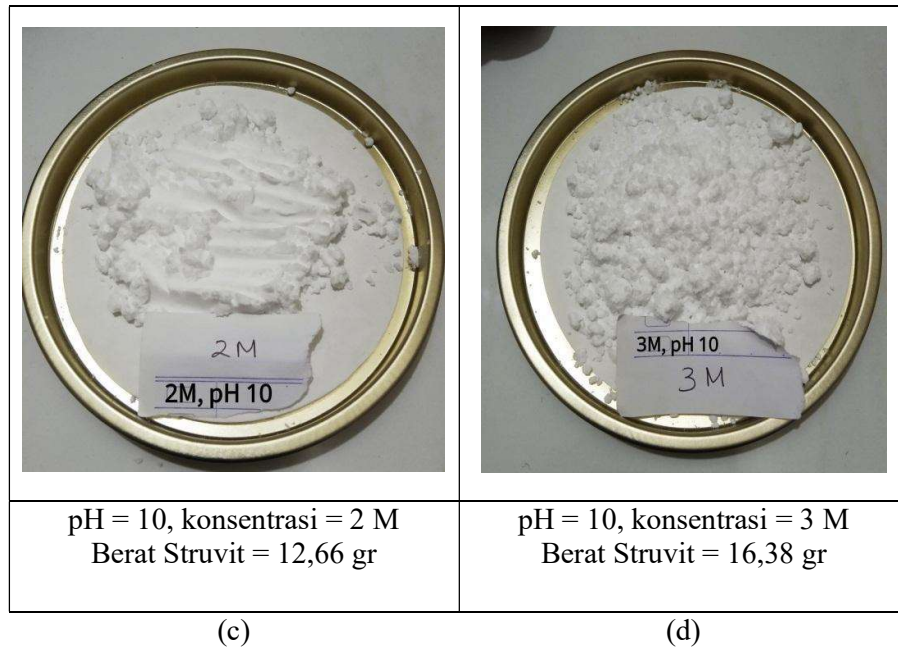
Tabel 4.3 Data Percobaan Pembuatan *Struvite*

No.	pH	Perbandingan Molar	Massa Struvit	Keterangan
1.	MgNH ₄ PO ₄ 6H ₂ O pH 10	0,5:0,5:0,5	8,67 gr	+
2.		1:1:1	10,78 gr	++
3.		2:2:2	14,20 gr	+++
4.		3:3:3	16,38 gr	+++

Keterangan : (□) = Tidak terjadi pembentukan *struvite*

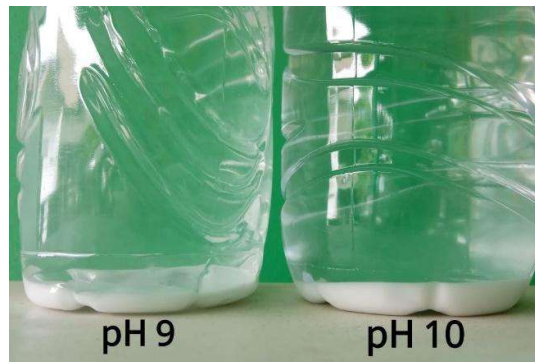
(+) = Terjadi pembentukan *struvite*





Gambar 4.6 Variasi Konsentrasi Pada Pembentukan Struvit

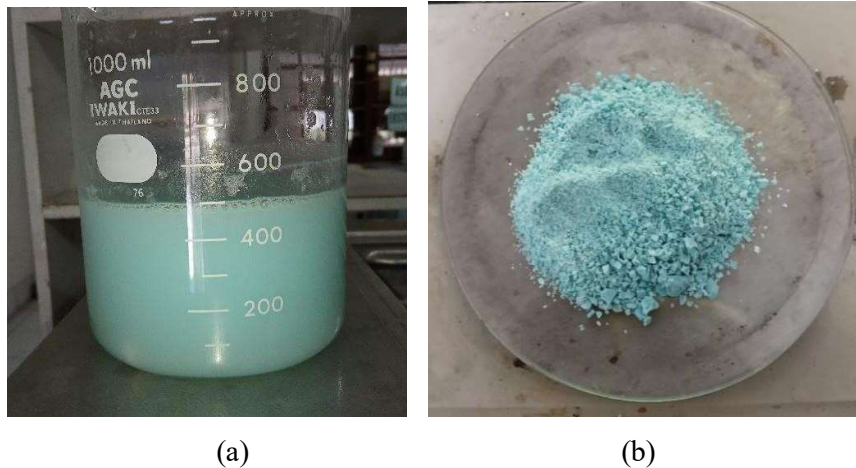
Hasil variasi 3:3:3 menunjukkan pembentukan *struvite* terbaik hal ini ditinjau dari hasil berat massa *struvite* sebesar 16,38 gr dimana lebih banyak dibandingkan dengan 3 variasi lainnya. Konsentrasi reaktan yang tinggi dapat meningkatkan pembentukan *struvite*. Hal tersebutlah yang mempengaruhi peningkatan pembentukan *struvite* pada variasi molar reaktan 3:3:3.



Gambar 4.7 Pembentukan endapan *struvite* pH 9 dan pH 10

Setelah didapatkan molar dan pH yang ideal selanjutnya melakukan pembuatan *struvite* dengan bahan dasar limbah dasar jeroan ikan bandeng dengan pH 10 dan perbandingan molar 3:3:3. Penggunaan jeroan ikan bandeng diambil untuk mendapatkan ekstrak nitrogen yaitu senyawa NH_4^+

(amonium) dan ekstrak fosfor yaitu senyawa PO_4^{3-} (fosfat) yang selanjutnya ditambahkan senyawa Mg^{2+} (magnesium) dari larutan MgCl_2 untuk pembentukan struvite. Hasil yang didapatkan berupa struvite kering berwarna kebiruan dengan berat massa sebesar 18,54 gr.

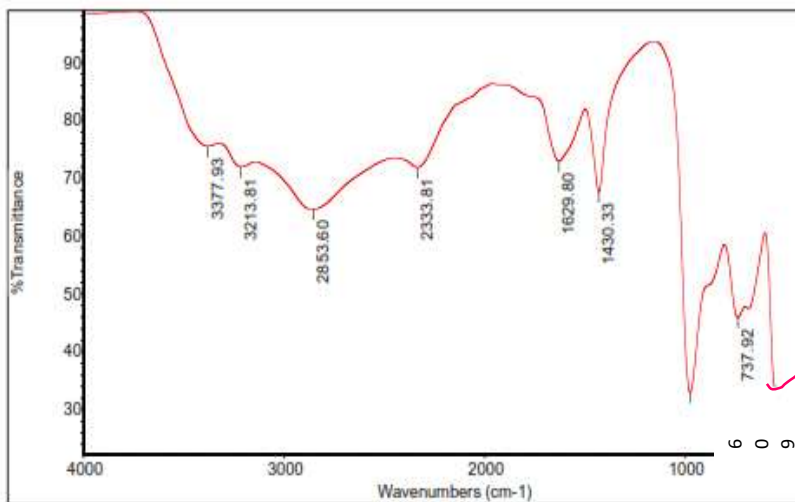


Gambar 4.8 (a) Hasil struvit jeroan ikan bandeng sebelum penyaringan
(b) Hasil struvite jeroan ikan bandeng setelah penyaringan.

4.4 Analisa FT-IR pada *Struvite*

Pengujian sampel FT-IR dilakukan untuk mengetahui informasi terkait ikatan kimia yang ada pada struvite. Ikatan kimia tersebut diindikasikan dengan puncak-puncak yang berbeda. Adapun cara kerja FTIR seperti berikut ini: Mula mula zat yang akan diukur diidentifikasi, berupa atom atau molekul. Sinar infra merah yang berperan sebagai sumber sinar dibagi menjadi dua berkas, satu dilewatkan melalui sampel dan yang lain melalui pembanding. Kemudian secara berturut-turut melewati chopper. Setelah melalui prisma atau grating, berkas akan jatuh pada detektor dan diubah menjadi sinyal listrik yang kemudian direkam oleh rekorder. Selanjutnya diperlukan amplifiser bila sinyal yang dihasilkan sangat lemah. Scan inframerah yang khas dihasilkan di wilayah pertengahan inframerah dari spektrum cahaya. Daerah rentang panjang gelombang inframerah yang digunakan adalah $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ wavenumbers.

1. Pengujian Sampel *Trial Struvite* FT-IR



Gambar 4.9 Hasil Uji FT-IR *Trial Struvite*

Tabel 4.4 Puncak Serapan FT-IR *Trial Struvite*

Panjang Gelombang	Intensitas
609.39	59.921
737.92	45.837
975.36	32.928
1430.33	67.547
1629.80	72.880
2333.81	71.840
2835.60	64.617
3213.81	71.946
3377.93	75.516

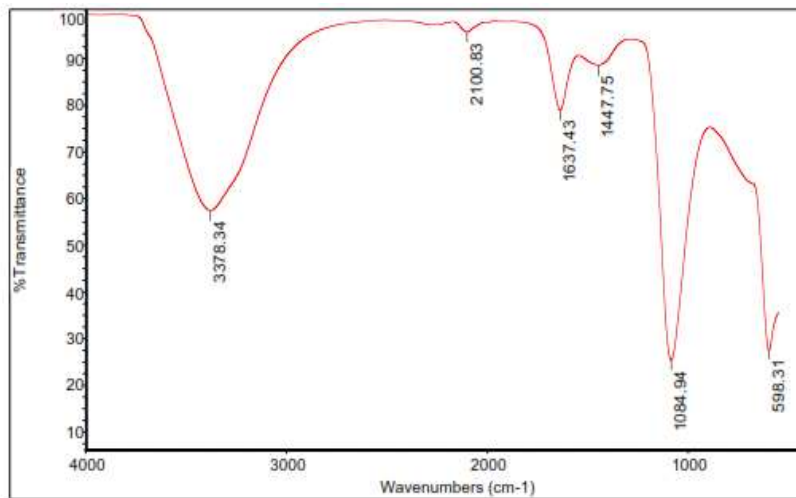
Tabel 4.5 Penetapan spektral FT-IR dari gugus fungsi *trial struvite*

Kelompok Fungsional	Bilangan gelombang IR (cm ⁻¹) literatur	Bilangan gelombang IR teramati (cm ⁻¹)
H-O-H regangan vibrasi air kristalisasi	3280-3550	3377.93 3213.81
H-O-H regangan gugus molekul air	2060-2460	2333.81
H-O-H mode getar vibrasi	1590-1650	1629.80
Air terkoordinasi molekul	808	737.92
N-H vibrasi regangan simetris dalam satuan NH ⁴⁺	2800-3000	2853.60
N-H vibrasi regangan asimetris	3280-3550	3377.93 3213.81
NH Vibrasi Pembengkokan	1630-1750	1629.80
NH regangan asimetris Vibrasi dalam satuan NH ⁴⁺ Ion fosfat	1390-1640	1430.33
Ikatan logam-oksigen (termasuk Mg didalamnya)	400-650	609.39

Spektrum rekaman yang diperoleh dari percobaan dan penetapan pita vibrasi terkait *trial struvite* digambarkan pada Gambar 4.9 Seperti yang diharapkan, terdapat empat daerah absorpsi: ikatan logam-oksigen, satuan NH⁴⁺, PO³⁻ unit, dan air kristalisasi, yang sesuai dengan empat konstituen utama struvite (Muryanto, S. 2014). Ada pita asimetris yang lebar antara 3377.93 dan 3213.81 cm⁻¹ yang dapat dikaitkan dengan vibrasi ulur OH dan NH. Pita lebar sedang sekitar 2835.60 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur simetris NH pada NH⁴⁺. Pita serapan pada 2333.81 cm⁻¹ disebabkan oleh ion NH⁴⁺. Penyerapan terjadi pada 1629.80 cm⁻¹ dapat disebabkan oleh

mode pembengkokan HOH yang menunjukkan air kristalisasi. Pita serapan yang terjadi pada 1430.33 cm^{-1} ditetapkan untuk ion fosfat. Ikatan logam-oksigen (termasuk Mg didalamnya) dapat ditunjukkan dengan pita serapan yang lemah pada 609.39 cm^{-1} . Secara keseluruhan pada *trial struvite* spektrum FT-IR mendukung keberadaan empat spesies senyawa *struvite*: ikatan logam-oksigen (termasuk Mg didalamnya), NH_4^+ , PO_4^{4-} , dan air kristalisasi. (B.Bindhu, Thambi T.Asai. 2012).

2. Pengujian Sampel *Struvite* Jeroan Ikan Bandeng



Gambar 4.10 Hasil Uji FT-IR *Struvite* Jeroan Ikan Bandeng

Tabel 4.6 Puncak Serapan FT-IR *Struvite* Jeroan Ikan Bandeng

Panjang Gelombang	Intensitas
598.31	27.305
1084.94	25.298
1447.75	88.573
1637.43	78.906
2100.83	95.681
3378.34	57.459

Tabel 4.7 Penetapan spektral FT-IR dari gugus fungsi *struvite* jeroan ikan bandeng

Kelompok Fungsional	Bilangan gelombang IR (cm ⁻¹) literatur	Bilangan gelombang IR teramati (cm ⁻¹)
H-O-H regangan vibrasi air kristalisasi	3280-3550	3378.34
H-O-H regangan gugus molekul air	2060-2460	2100.83
H-O-H mode getar vibrasi	1590-1650	1637.43
N-H vibrasi regangan asimetris	3280-3550	3378.34
NH Vibrasi Pembengkokan	1630-1750	1637.43
NH regangan asimetris Vibrasi dalam satuan NH ⁴⁺ Ion fosfat	1390-1640	1447.75
Ikatan logam-oksigen (termasuk Mg didalamnya)	400-650	598.31

Spektrum rekaman yang diperoleh dari percobaan dan penetapan pita vibrasi terkait *struvite* jeroan ikan bandeng digambarkan pada Gambar 4.10 Seperti yang diharapkan, terdapat empat daerah absorpsi: ikatan logam-oksigen, satuan NH⁴⁺, PO³⁻ unit, dan air kristalisasi, yang sesuai dengan empat konstituen utama *struvite*. Ada pita asimetris yang lebar antara 3378.84 cm⁻¹ yang dapat dikaitkan dengan vibrasi ulur OH dan NH. Pita serapan pada 2100.83 cm⁻¹ disebabkan oleh ion NH⁴⁺. Penyerapan terjadi pada 1637.43 cm⁻¹ dapat disebabkan oleh mode pembengkokan HOH yang menunjukkan air kristalisasi. Pita serapan yang terjadi pada 1447.75 cm⁻¹ ditetapkan untuk ion fosfat. Ikatan logam-oksigen (termasuk

Mg didalamnya) dapat ditunjukkan dengan pita serapan yang lemah pada 598.31 cm^{-1} . Secara keseluruhan pada *struvite* jeroan ikan bandeng spektrum FT-IR mendukung keberadaan empat spesies senyawa *struvite*: ikatan logam-oksigen (termasuk Mg didalamnya), NH_4^+ , PO_4^- , dan air kristalisasi.