

III. BAHAN DAN METODE

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Analisis dilakukan di Laboratorium Ilmu Tanah Jurusan Agroteknologi Fakultas Pertanian Universitas Lampung. Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan September 2013 – Februari 2015.

3.2 Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan adalah limbah cair tapioka dari Desa Sri Rejeki, Kecamatan Negeri Katon, Lampung Selatan, dan limbah kepala udang dari pusat Pengolahan udang di PT. Bumi Menara Nusa Indah, air destilata, label dan bahan-bahan kimia untuk kebutuhan analisis.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah wadah limbah, gayung, sendok pengaduk, erlenmeyer 1000 ml, oven, ayakan 0,5 dan 1 mm, gelas ukur 1000 ml, timbangan, pH meter, spektrofotometer, flamefotometer, labu kejdahl, alat tulis, dan alat-alat laboratorium lainnya untuk analisis.

3.3 Metode Penelitian

Percobaan ini dilaksanakan dengan menggunakan Rancang Acak Kelompok (RAK) yang disusun secara faktorial (4 x 3) dan diulang sebanyak tiga kali.

Faktor pertama adalah dosis limbah kepala udang :

$D_0=0$ g limbah kepala udang / L limbahcairtapioka

$D_1=150$ g limbah kepala udang / L limbahcairtapioka

$D_2= 300$ g limbah kepala udang / L limbahcairtapioka

$D_3=450$ g limbah kepala udang / L limbahcairtapioka

Faktorkeduaadalahukuranbutiranlimbahkepalaudanglolosayakan:

$B_1= <0,5$ mm

$B_2= 0,5-1$ mm

$B_3= >1$ mm

Dari perlakuan tersebut diperoleh 12 kombinasi perlakuan yang diulang sebanyak 3 kali sehingga didapat 36 satuan percobaan. Data yang diperoleh dari hasil percobaan selanjutnya dianalisis homogenitas ragamnya dengan uji Bartlett dan aditifitas dengan uji Tukey. Data diolah dengan analisis ragam pada taraf nyata 1% dan 5% dan dilanjutkan dengan Uji BNT pada taraf 5% dengan program SAS 9.1.3.

3.4 Pelaksanaan Penelitian

3.4.1 Pengambilan Limbah Kepala Udang

Limbah kepala udang diambil dari pusat pengolahan udang PT. Bumi Menara Nusa Indah, Tanjung Bintang, Lampung Selatan. Limbah kepala udang dihaluskan dengan cara digiling dengan mesin giling dan diayak sesuai perlakuan dengan ayakan $<0,5$ mm, 0, 5-1 mm dan >1 mm.

3.4.2 Pengambilan Limbah Cair Tapioka

Limbah cair tapioka yang digunakan adalah limbah cair segar hasil pencucian umbi yang mengendap. Limbah cair tapioka diambil dari industri tapioka yang berada di Negeri Katon, Kabupaten Lampung Selatan, kemudian kandungan pH, N, dan K dianalisis.

3.4.3 Pencampuran Limbah Cair Tapioka dan Limbah Kepala Udang

Limbah kepala udang dengan tiga macam ukuran butir (<0,5 mm, 0,5-1 mm dan >1 mm) ditimbang masing-masing sebanyak 0 g, 75 g, 150 g dan 225 g. Masing-masing limbah kepala udang dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang berisi limbah cair tapioka sebanyak 500 ml, kemudian diaduk dengan alat *shaker* dengan kecepatan 160 rpm selama 24 jam. Selanjutnya campuran limbah kepala udang dan limbah cair tapioka yang telah di *shaker* disentrifus dengan kecepatan 10.000 rpm selama 30 menit agar terpisah antara air dan padatan limbah kepala udang, kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman No 42. Setelah disaring filtratnya dianalisis kandungan N-total (dengan metode Kjeldhal), P-larut (diukur dengan spektrofotometer), K-larut (diukur dengan flame fotometer), dan pH (dengan metode elektrometrik).

3.5 Peubah Pengamatan

1. Analisis Awal Limbah Cair Tapioka dan Limbah Kepala Udang

Analisis awal limbah cair tapioka dan limbah kepala udang dilakukan untuk mengetahui nilai pH, serta kandungan N-Total, P-Total, dan K, pada limbah cair tapioka.

2. Analisis Akhir pencampuran limbah cair tapiokadan limbah kepala udang
 Analisis akhir pencampuran limbah cair tapiokadan limbah kepala udang dilakukan terhadap filtrate hasil campuran limbah cair tapiokadan limbah kepala udang untuk mengetahui perubahan terhadap nilai pH, serta kandungan N-Total, P-Larut dan K-Larut.

3.6 Prosedur Analisis

3.6.1 Analisis pH (Elektrometrik)

Ekstrak campuran limbah cair tapiokadan limbah kepala udang diambil sebanyak 10 ml, kemudian dimasukkan ke dalam botol film dan diukur dengan alat pH meter

3.6.2 Analisis N-Total (Kjeldahl)

1 Dekstruksi Sampel

Sebanyak 5 ml ekstrak campuran limbah cair tapiokadan limbah kepala udang dimasukkan ke dalam labu kejhldahl yang bersih ditambahkan 5 ml H_2SO_4 dan 1 g campuran selenium ($CuSO_4$, Na_2SO_4 , dan selen), kemudian dipanaskan dengan alat dekstruksi selama 30 menit hingga larutan sampai jernih. Setelah larutan terlihat jernih, labu Kejhldahl diangkat dan dibiarkan hingga tidak panas, setelah larutan pada labu kejhldahl sudah panas nyaturun kemudian ditambahkan air suling sebanyak 50 ml.

2 Destilasi

Sampel hasil destruksi dimasukkan ke dalam labu didih, kemudian ditambahkan NaOH 40 % sebanyak 20 ml dan dimasukkan serbuk batu didih. Setelah itu larutan di destilasi dengan alat destilasi. Hasil destilasi ditampung pada gelas beaker yang berisi 25 ml asam borat 2% yang ditambahkan 3 tetes indikator

Conway (berwarna Merah). Lalu ditunggu sampai warna larutan berwarna hijau sampai dengan volume 50 ml.

3 Penentuan Kadar N dalam Sampel

Titration hasil destilat dengan HCl 0,1 N hingga warna merah muda, dan hitung banyaknya HCl yang digunakan. Penentuan kadar N larutan ditentukan dengan menggunakan rumus ;

$$\text{Kadar nitrogen} = (\text{Hasil Titration} - 0,3) \times N \text{ HCl} \times 14 \times 200$$

Keterangan: 0,3= nilai mili blanko; N_{HCl} = nilai dari hasil destilat dengan HCl ;
14 = konstanta ; 200 = 1000 ml / 5 ml sampel

3.6.3 Analisis Fosfor

Filtrat campuran limbah cair tapioka dan limbah kepala udang yang telah disaring sebanyak 5 ml dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan 10 ml pereaksi P yang terdiri dari asam askorbat, asam sulfat yang ditambahkan ammonium molibdat dan kalium antimonil tartat, setelah itu diamkan selama beberapa menit hingga berwarna kebiruan. Buat satu seri larutan standar baku P yang memiliki konsentrasi 0, 0,5, 1, 1,5, 2, dan 2,5. Kemudian diukur transmitannya dengan spektrofotometer dengan sinar tampak $\lambda = 660 \text{ nm}$.

3.6.4 Analisis K-Larut (Flamefotometer)

Sebanyak 10 ml larutan sampel dituang ke dalam tabung reaksi, buat satu seri larutan standar baku K yang memiliki konsentrasi 0, 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm dan 40 ppm lalu diukur adsorbannya dengan menggunakan flamefotometer.

Kemudian sampel juga diukur absorbannya dengan menggunakan flamefotometer.