

### **III. BAHAN DAN METODE**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Analisis kimia dilakukan di Laboratorium Tanah, dan Laboratorium Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Pertanian Universitas Lampung. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November sampai dengan bulan Desember 2013.

#### **3.2 Bahan dan Alat**

Bahan yang digunakan yaitu berupa limbah cair kelapa sawit dari PTPN VII Rejosari, Natar, Lampung Selatan dan limbah kepala udang yang diambil dari pusat pengolahan udang di PT Bumi Menara Nusa Indah, aquades, label, dan bahan – bahan kimia untuk kebutuhan analisis.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah wadah limbah, gayung, sendok pengaduk, erlenmayer 500 ml, oven, ayakan dengan ukuran 0,5 mm dan 1 mm, gelas ukur 1000 ml, timbangan, pH meter, *spektrophotometer*, *flame photometer*, labu *Kjeldahl*, alat tulis, dan alat-alat laboratorium lainnya yang akan digunakan untuk analisis.

### 3.3 Metode Penelitian

Percobaan dilakukan dengan menggunakan Rancangan Acak Kelompok yang disusun secara faktorial (4x3) dan diulang sebanyak dua kali.

Faktor pertama adalah pencampuran limbah cair kelapa sawit dan limbah kepala udang (D) :

$D_0$  = Limbah cair kelapa sawit tanpa limbah kepala udang

$D_1$  = Limbah cair kelapa sawit + 15 % (w/v) limbah kepala udang

$D_2$  = Limbah cair kelapa sawit + 30 % (w/v) limbah kepala udang

$D_3$  = Limbah cair kelapa sawit + 45 % (w/v) limbah kepala udang

Faktor kedua adalah ukuran butir limbah kepala udang (B) :

$B_1$  = Limbah kepala udang lolos ayakan <0,5 mm

$B_2$  = Limbah kepala udang lolos ayakan 0,5-1 mm

$B_3$  = Limbah kepala udang lolos ayakan > 1 mm

Tata letak percobaan RAK Faktorial ditampilkan pada Gambar 1 di bawah ini :

Kelompok I	Kelompok II
<b>D<sub>3</sub>B<sub>3</sub></b>	<b>D<sub>3</sub>B<sub>3</sub></b>
<b>D<sub>0</sub>B<sub>2</sub></b>	<b>D<sub>0</sub>B<sub>2</sub></b>
<b>D<sub>1</sub>B<sub>2</sub></b>	<b>D<sub>1</sub>B<sub>2</sub></b>
<b>D<sub>2</sub>B<sub>1</sub></b>	<b>D<sub>2</sub>B<sub>1</sub></b>
<b>D<sub>3</sub>B<sub>2</sub></b>	<b>D<sub>3</sub>B<sub>2</sub></b>
<b>D<sub>0</sub>B<sub>3</sub></b>	<b>D<sub>0</sub>B<sub>3</sub></b>
<b>D<sub>1</sub>B<sub>3</sub></b>	<b>D<sub>1</sub>B<sub>3</sub></b>
<b>D<sub>2</sub>B<sub>3</sub></b>	<b>D<sub>2</sub>B<sub>3</sub></b>
<b>D<sub>3</sub>B<sub>1</sub></b>	<b>D<sub>3</sub>B<sub>1</sub></b>

Gambar 1. Tata letak percobaan RAK Faktorial yang disusun berdasarkan kelompok dosis dan ukuran butiran limbah kepala udang dengan waktu ulangan per minggu.

Dari perlakuan tersebut diperoleh 12 kombinasi limbah kepala udang dan limbah cair kelapa sawit yang diulang sebanyak 2 kali sehingga didapat 24 satuan percobaan.

Data yang diperoleh dari hasil percobaan selanjutnya dianalisis homogenitas ragamnya dengan Uji Bartlett dan aditifitasnya dengan uji Tukey. Data diolah dengan analisis ragam pada taraf nyata 1% dan 5% dan dilanjutkan dengan Uji BNJ pada taraf 5%.

### 3.4 Pelaksanaan Penelitian

#### 3.4.1 Pengambilan Limbah Kepala Udang

Limbah kepala udang diambil dalam kondisi sudah kering dari pusat pengolahan udang PT Bumi Menara Nusa Indah, Tanjung Bintang, Lampung Selatan. Limbah kepala udang yang telah kering selanjutnya dihaluskan dengan cara digiling dengan mesin giling dan diayak sesuai perlakuan dengan ayakan <0, 5 mm, 0, 5-1 mm dan >1 mm. Limbah kepala udang yang telah dihaluskan dianalisis kandungan N, P, K, Ca dan pH, selanjutnya limbah tersebut digunakan untuk kebutuhan penelitian.

#### 3.4.2 Pengambilan Limbah Cair Kelapa Sawit

Limbah cair kelapa sawit yang digunakan adalah limbah cair segar inlet hasil dari proses pengambilan minyak kelapa sawit. Limbah cair kelapa sawit diambil dari PTPN VII Rejosari, Natar, Lampung Selatan, kemudian dianalisis awal kandungan N, P, K, BOD, COD, dan pH.

#### 3.4.3 Pencampuran Limbah Cair Kelapa Sawit dan Limbah Kepala Udang

Limbah kepala udang dengan tiga macam ukuran butir ( $B_1$ ,  $B_2$  dan  $B_3$ ) ditimbang masing-masing sebanyak 0 %, 15%, 30%, dan 45%. Setelah itu, masing-masing limbah kepala udang dimasukkan ke dalam erlenmayer yang berisi limbah cair kelapa

sawit sebanyak 500 ml. Kemudian diaduk dengan alat shaker dengan kecepatan 160 rpm selama 24 jam, selanjutnya disentrifuge dengan kecepatan 6000 rpm selama 30 menit agar terpisah antara padatan cairan limbah kelapa sawit dan limbah kepala udang. Kemudian disaring menggunakan kertas saring whatman No 42. Setelah itu filtratnya dianalisis kandungan N-total (dengan metode Kjeldhal), P-Larut (diukur dengan spektrofotometer), K-Larut (diukur dengan flamefotometer), dan pH (dengan metode elektrometrik).

### **3.5 Variabel Pengamatan**

#### 3.5.1 Analisis Awal

Analisis awal dilakukan untuk mengetahui kandungan pH, N-total, P-total, K-total, pada limbah cair kelapa sawit dan kandungan Ca, N, P, dan K pada limbah kepala udang.

#### 3.5.2 Analisis Akhir

Analisis akhir dilakukan terhadap filtrat hasil pencampuran limbah cair kelapa sawit dan limbah kepala udang, untuk mengetahui apakah terjadi perubahan kandungan pH, N-total, P-larut dan K-larut pada limbah cair kelapa sawit.

### 3.4 Prosedur Analisis

#### 3.5.1 Analisis pH (Elektrometrik)

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

#### 3.5.2 Analisis Kadar Air Limbah Kepala Udang

Cawan ditimbang terlebih dahulu sebagai parameter kalibrasi, lalu ditimbang kembali limbah kepala udang diatas cawan tersebut sebanyak 10 g pada timbangan digital. Setelah itu limbah kepala udang dioven selama 24 jam dengan suhu 70° C. Setelah di oven ditimbang kembali bobot kering limbah kepala udang dengan menggunakan alat timbangan digital. Lalu kadar air di ukur dengan menggunakan rumus (Tim DDIT, 2013) :

$$\frac{\text{Bobot Basah} - \text{Bobot Kering}}{\text{Bobot Kering}} \times 100$$

### 3.5.3 Analisis N-total ( Kjeldahl)

#### 1. Dekstruksi Sampel

Sebanyak 5 ml ekstrak campuran dimasukkan ke dalam labu Kjeldahl yang bersih, kemudian ditambahkan 3 ml  $H_2SO_4$  dan 1 g campuran selenium secara hati - hati. Setelah itu campuran dipanaskan dengan alat dekstruksi, mula-mula dengan nyala kecil selama 15 menit, kemudian nyala dibesarkan hingga larutan jernih. Setelah larutan terlihat jernih, labu Kjeldahl diangkat dan didinginkan, setelah dingin ditambahkan air suling sebanyak 50 ml.

#### 2. Tahap 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 hasil destilasi didiamkan sampai warna larutan berwarna hijau sampai dengan volume 50 ml.

### 3. Tahap Penentuan Kadar N dalam Sampel

Destilasi sebanyak 50 ml dengan HCl 0,1 N hingga warna merah muda, dan dihitung banyaknya HCl yang digunakan. Penentuan kadar N larutan ditentukan dengan menggunakan rumus :

$$N = (\text{Hasil Titrasi} - 0,2) \times N \text{ HCl} \times 14 \times 200$$

#### 3.5.3 Analisis P-larut (Spektrofotometrik)

Sebanyak 5 ml filtrat campuran limbah kepala udang dan limbah cair kelapa sawit yang telah disaring dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 10 ml pereaksi P yang terdiri dari asam askorbat, asam sulfat yang ditambahkan amonium molibdate dan kalium antimonil tartrat. Setelah itu di diamkan selama beberapa menit, dan diukur absorbanya pada alat spektrofotometer spektronik 20.

#### 3.5.4 Analisis K-larut (Flame photometer)

Sebanyak 10 ml larutan sampel dituang ke dalam tabung reaksi, kemudian diukur absorbanya dengan menggunakan flamphotometer.