

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### A. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terdiri dari dua bagian yaitu uji pendahuluan dan penelitian utama. Uji pendahuluan dilaksanakan dibulan mei 2024 di Laboratorium Ilmu Teknologi Pangan Jurusan Gizi Poltekkes Kemenkes Medan Lubuk Pakam. Uji penelitian utama meliputi pemeriksaan kimia yaitu untuk menganalisis kadar Kalsium (Ca), Zinc (Zn) dan Fosfor (P) pada Nugget Biji Nangka, Formula Tempe dan Ikan Lemuru. Yang akan dilaksanakan di Laboratorium Balai Standarisasi dan Pelayanan Jasa Industri Medan pada bulan Agustus 2024 sampai dengan Maret 2025.

#### B. Jenis dan Rancangan Penelitian

Penelitian ini bersifat eksperimental dimana perlakuan terbaik akan diuji coba sebanyak 1 kali pengulangan.

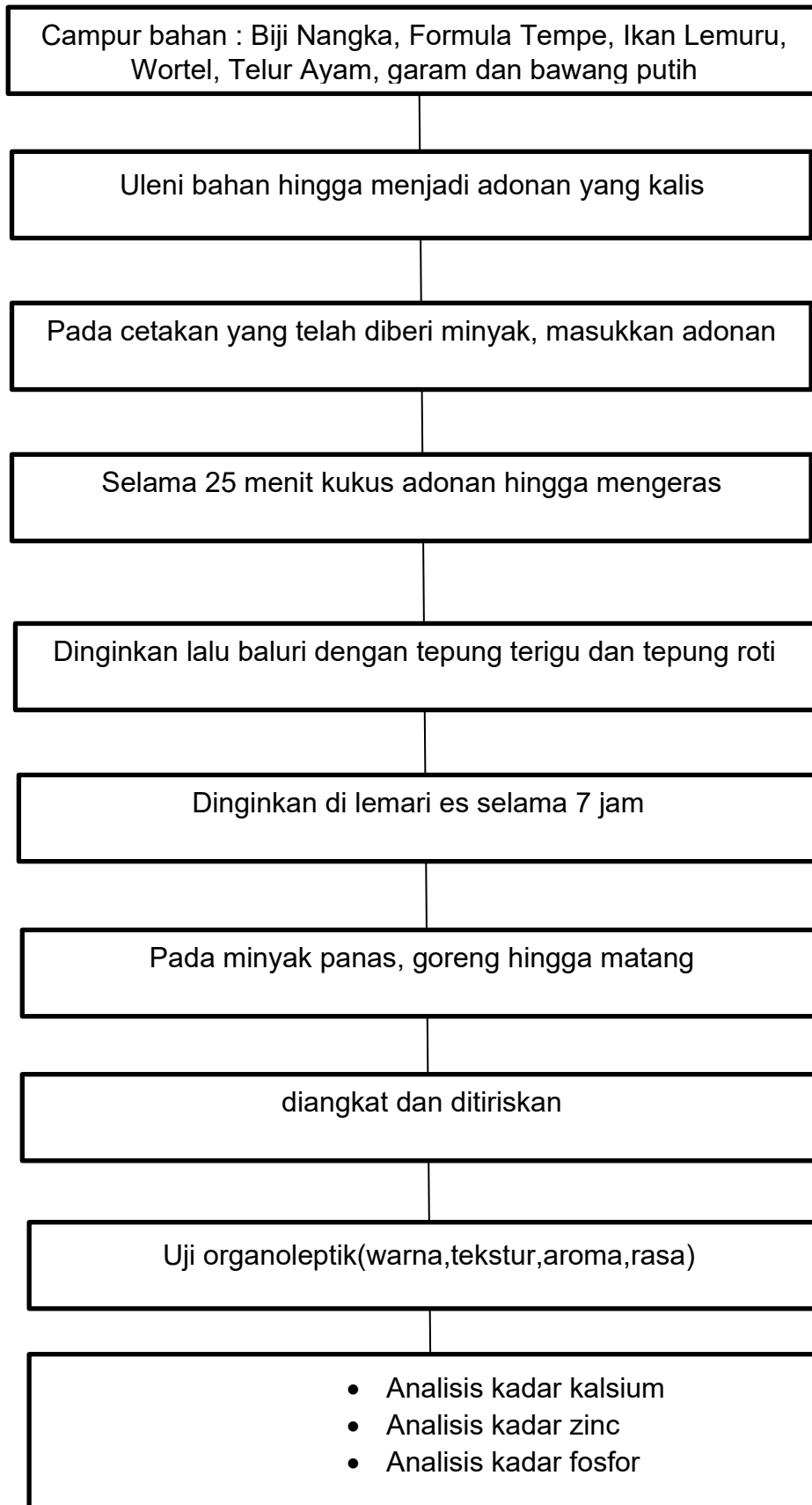
#### C. Prosedur Pembuatan Nugget Biforil

##### 1. Alat dan bahan

**Tabel 12. Bahan Pembuatan Nugget Biforil**

Bahan	Perlakuan B	Perlakuan C	Perlakuan D
Biji Nangka	75 gr	75 gr	75 gr
Forte	100 gr	150 gr	200 gr
Ikan Lemuru	200 gr	150 gr	100 gr
Wortel	50 gr	50 gr	50 gr
Minyak	250 gr	250 gr	250 gr
Bawang Putih	6 gr	6 gr	6 gr
Garam	1 sdt	1 sdt	1 sdt
Tepung Terigu	50 gr	50 gr	50 gr
Telur Ayam	60 gr	60 gr	60 gr
Tepung Roti	50 gr	50 gr	50 gr

## 2. Prosedur Pembuatan Nugget Biforil



#### **D. Sampel**

Sampel pada penelitian ini merupakan nugget yang terbuat dari kombinasi biji nangka, formula tempe dan ikan lemuru yang dibuat berdasarkan Formula D dengan bahan 75 gr biji nangka, 200 gr tepung formula tempe, 100 gr ikan lemuru, dibuat sesuai dengan kebutuhan penelitian dan jumlah sampel minimal yang diizinkan oleh laboratorium yaitu 100 gram, pada penelitian ini nugget dikiriskan beratnya adalah 200 gram, minimal sampel yang dikiriskan adalah 100 gram. Pembuatan nugget dilakukan di Laboratorium Ilmu Teknologi Pangan Jurusan Gizi Poltekkes Kemenkes Medan Lubuk Pakam. Analisis akan dilakukan pada Balai Standarisasi dan Pelayanan Jasa Industri Medan. Untuk membawa sampel dari Laboratorium Ilmu Teknologi Pangan Jurusan Gizi Poltekkes Kemenkes Medan Lubuk Pakam ke Balai Standarisasi dan Pelayanan Jasa Industri Medan. Wadah diberi label yang jelas mencantumkan jenis sampel, tanggal pengiriman, dan tujuan pengiriman.

#### **E. SOP Pengantaran Sampel**

- 1) Nugget yang telah dibuat berdasarkan Formula D dengan bahan 75 gr biji nangka, 200 gr tepung formula tempe, 100 gr ikan lemuru, dibuat sesuai dengan kebutuhan penelitian dan jumlah sampel minimal yang diizinkan oleh laboratorium yaitu 100 gram, minimal sampel yang dikiriskan adalah 100 gram. Nugget yang telah dibekukan selama 24 jam di dalam freezer. Nugget yang telah dibekukan selama semalaman kemudian dikemas ke wadah plastik yang tertutup rapat kemudian diberi label, sesuai dengan ketentuan yang telah ditetapkan oleh laboratorium yang dituju.
- 2) Nugget yang telah dikemas dalam wadah kemudian dikemas dalam Styrofoam box yang telah di isi dengan blue ice pack di setiap sisi untuk mengurangi terjadinya guncangan dan menjaga nugget sampai di tempat tujuan dalam kondisi segar dan baik. Styrofoam box kemudian di tutup rapat menggunakan perekat untuk memperkecil kemungkinan terjadinya kerusakan dan kontaminasi. Nugget yang telah dikemas lalu di antar dengan menggunakan masker.

- 3) Setelah sampel nugget sampai laboratorium, peneliti di canangkan untuk mengisi formulir administrasi berisi data diri terlebih dahulu dan uji yang akan dilakukan. Kemudian pihak laboratorium akan melakukan pengecekan nugget dengan uji kimia yang tercantum pada formulir.
- 4) Memeriksa surat SPPC dan menandatangani, lalu membawa SPPC ke bagian pembayaran. Data berdasarkan SPPC kedalam sistem, dan menerbitkan billing tagihan. Membayar tagihan sejumlah yang tertera di biling melalui debit transfer (non-cash).

## **F. Prosedur Analisis Kadar Kalsium (Ca) , Zinc (Zn) dan Fosfor (P)**

### **1. Kadar Kalsium (Ca) dengan Metode AAS**

#### **a. Bahan dan Alat Analisis Kadar Kalsium**

Bahan dan alat yang digunakan dalam uji kadar kalsium dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (AAS)	
Bahan	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1,25%
	NaOH 3,25%
	HCl 0,5 N
	Etanol 96%
	Aquades
	Kertas saring whatman
	Sampel Nugget
Alat	Pendingin
	Neraca analitik
	Corong Buchner
	Pompa vakum
	Spektrofotometri Serapan Atom

Sumber : (Kudus, 2020)

- b. Prosedur Pemeriksaan Analisis Kadar Kalsium dengan metode AAS :
- 1) Sampel ditimbang 2 gram kemudian abukan pada gelas porselen
  - 2) Abu dilarutkan dengan 5 ml HCL lalu dituangkan kedalam gelas ditambahkan 50 ml aquades
  - 3) Setelah dipanaskan, dipindahkan ke dalam labu ukur 100 gram dan disaring.
  - 4) Sepuluh mililiter hasil saringan dipipet ke dalam gelas, dan ditambahkan tiga tetes indikator jingga metil.
  - 5) Setelah itu dinetralkan melalui pemanasan pada suhu 70°C dan menambahkan NaOH 30% hingga berubah menjadi kuning.
  - 6) Kemudian ditambahkan 10% (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (amonium oksalat) hingga 25 ml, didinginkan, disaring melalui kertas saring Whattman No. 42, dan dibilas dengan aquades panas hingga asam hilang.
  - 7) Tuang gelas berisi endapan dan kertas saring, kemudian tambahkan 100 ml aquades dan 25 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 25%. diikuti dengan pemanasan embun penuh dan titrasi merah muda pucat dengan KMnO<sub>4</sub> 0,1 N.

Perhitungan kadar kalsium :

$$\text{Kadar Kalsium } x = \frac{C \times V \times F_p}{W}$$

Keterangan :

C = Konsentrasi larutan sampel (g/ml)

V = Volume sampel

F<sub>p</sub> = Konsentrasi larutan sampel/volume pengenceran (g/ml)

W = Berat sampel (gr)

## 2. Zinc (Zn) Metode AAS (Atomic Absorption Spektrofotometer)

### a. Bahan dan Alat Analisis Kadar Zinc

---

Bahan dan alat yang digunakan dalam uji kadar zinc dengan metode AAS (Atomic Absorption Spektrofotometer)

---

Bahan & Alat :	HCl 6 N, HCl 3N, HCl 0,3N Lanthanum klorida 10% w/v Aquades Sampel nugget Kertas saring Whatman No.541 (sebelum dicuci dengan HCl 3N Untuk menghilangkan trace metal) Larutan stok standar (1000mg/L) Larutan standar
----------------	--

---

Sumber : (Kudus, 2020)

### b. Prosedur Pemeriksaan Analisis Zinc

Pengukuran cahaya yang diserap oleh atom unsur merupakan dasar dari proses verifikasi analisis seng dengan menggunakan metode AAS (Atomic Absorption Spectrophotometer). Semua atom berada pada kondisi paling mendasar pada suhu sekitar. Tingkat energi atom meningkat dan memasuki keadaan tereksitasi ketika dipanaskan dalam nyala api. Karena atom menyerap energi radiasi, tingkat energi meningkat (Kudus, 2020).

#### **Prosedur pemeriksaan analisis zinc dengan metode AAS (Atomic Absorption Spektrofotometer) :**

- 1) 15 ml HCl 3N mendidih dan 5-6 ml HCl 6N dituangkan ke dalam cawan berisi abu, yang telah dimasak dengan hati-hati di atas hot plate sampai kering.
- 2) Setelah dingin, sampel disaring melalui kertas saring dan ditempatkan dalam labu ukur

- 3) Cawan diisi dengan 10 mililiter HCl 3N, didihkan, dan kemudian dibiarkan dingin. Setelah menyaring sampel, filtrat dipindahkan ke labu ukur.
- 4) Labu ukur diisi dengan air pencuci yang telah disaring setelah cangkir dibersihkan dengan air setidaknya tiga kali.
- 5) Ditambahkan 5 ml *lanthanum klorida* untuk menentukan kadar protein, setiap 100 ml larutan. Labu didinginkan, diencerkan sampai tanda batas air. Blangko disiapkan dengan sejumlah pereaksi yang sama
- 6) Kalibrasi alat dan penetapan sampel :
  - a) Alnstruksi diikuti saat menyiapkan perangkat AAS.
  - b) Pengukuran dilakukan terhadap standar logam dan larutan kosong.
  - c) Larutan sampel diukur untuk menentukan nilai standar sampel, yang harus ditinjau secara berkala untuk memastikan nilainya tetap konstan.
  - d) Untuk setiap logam, kurva standar dibuat, yang menunjukkan nilai absorbansi dan emisi pada konsentrasi logam  $\mu$  g/ml. Perhitungan kadar zinc :

<b>Kadar Zinc :</b> $L = \frac{(a-b) \times V}{W} \times 100\%$
---

Keterangan :

W = Berat sampel yang dianalisis (gram)

V = Volume ekstrak

a = Konsentrasi larutan sampel ( $\mu$  g/ ml)

b = Konsentrasi larutan sampel ( $\mu$  g/ ml)

### 3. Fosfor (P) Metode Spektrofotometer

#### a. Bahan dan Alat Analisis Fosfor

---

Bahan dan alat yang digunakan dalam uji kadar zinc dengan metode Spektrofotometer	
Bahan :	Aquades Sampel nugget Larutan amonium molibdat 4% Larutan asam askorbat 0,1 N Asam nitrat 5 N Larutan asam sulfat (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) 5 N Larutan kalium antimonil tartrat (K(SbO)C <sub>4</sub> H <sub>4</sub> .1/2 H <sub>2</sub> O) 0,274% Kalium dihidrogen fosfat anhidrat (KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> )
Alat :	Hot plate Timbangan analitik Erlenmeyer 125 ml Labu ukur 100, 250 dan 1000 ml Gelas ukur 25 dan 50 ml Pipet ukur dan pipet tetes Neraca analitik Gelas piala dan gelas volumetrik Dan Spektrofotometer

---

Sumber : (Saputri et al., 2019)

#### b. Prosedur Pemeriksaan Analisis Fosfor Dengan Metode Spektrofotometer dalam (Saputri et al., 2019)

##### 1) Persiapan pengujian

##### a) Membuat larutan induk fosfat 500 mg P/L

(1) Dalam labu ukur 1000 ml, larutkan 2,195 g kalium dihidrogen fosfat anhidrat, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, ke dalam 100 mL air suling

(2) Tambahkan air suling secukupnya untuk membuatnya homogen.

##### b) Pembuatan larutan standar fosfat

(1) Pipet dua mililiter 500 miligram per liter larutan induk fosfat, kemudian pindahkan campuran tersebut ke dalam labu ukur 100 mililiter.

- (2) Hingga tanda yang tepat, tambahkan air suling dan homogenkan
- c) Pembuatan larutan kerja fosfat
- (1) Isi labu ukur 250 ml dengan 0 mL, 5 mL, 10 mL, 20 mL, dan 25 mL larutan standar fosfat yang mengandung 10 mg P/L
- (2) Untuk mendapatkan kadar fosfat 0,0 mg P/L, 0,2 mg P/L, 0,4 mg P/L, 0,8 mg P/L, dan 1,0 mg P/L, tambahkan air suling hingga tanda batas lalu homogenkan.
- d) Pembuatan kurva kalibrasi
- (1) Optimalkan alat spektrofotometer sesuai dengan petunjuk alat untuk pengujian kadar fosfat
- (2) Pipet 50 mL larutan kerja dan masukkan masing-masing ke dalam erlenmeyer;
- (3) Tambahkan satu tetes indikator untuk fenolftalein. Tambahkan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5N setetes demi setetes sampai warna merah muda hilang jika muncul. Untuk menghomogenkan, tambahkan 8 mL larutan gab
- (4) Masukkan ke dalam kuvet spektrofotometer, lalu baca dan catat serapan pada panjang gelombang 880 nm selama 10 hingga 30 menit.

**Prosedur pembuatan larutan sampel :**

1. Letakkan gelas yang diisi dengan 300 mL air suling dan 70 mL asam sulfat pekat di atas tempat es. Setelah 500 mL air suling ditambahkan ke dalam larutan, homogenkan.
2. Dalam labu volumetrik 500 mL, larutkan 1.3715 g kalium antimonil tartarat dengan 400 mL air murni. Setelah itu, homogenkan dengan menambahkan air suling tepat sesuai tanda
3. Setelah menghomogenkan 20 g amonium molibdat dalam 500 mL air suling, larutkan 1.76 g asam askorbat dalam 100 mL larutan yang sama. Pada 4°C, larutan ini tetap stabil selama seminggu
4. Campurkan 50 mililiter asam sulfat 5N, lima mililiter larutan kalium antimonil tartarat, lima belas mililiter larutan amonium molibdat, dan tiga puluh mililiter larutan asam askorbat dalam urutan itu. Larutan

yang dicampur tidak dapat digunakan jika muncul nuansa biru. Jika larutan yang dicampur menjadi keruh, kocok dan tunggu beberapa menit agar menjadi jernih sebelum digunakan. Selama empat jam, larutan yang digabung ini tetap stabil..

#### **Prosedur Penentuan Kadar Fosfor :**

1. Pada Erlenmeyer pipet 50mL sampel duplo
2. Tambahkan 1 tetes indikator fenolftalin. Jika terbentuk warna merah muda, lalu tambahkan tetes demi tetes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5N sampai warna hilang dan tambahkan 8 mL larutan campuran dan dihomogenkan
3. Masukkan ke dalam kuvet spektrofotometer, kemudian dalam waktu sepuluh hingga tiga puluh menit, tentukan dan simpan absorbansi pada panjang gelombang 880 nm

Perhitungan kadar fosfor :

$$\begin{array}{|c|} \hline \text{Kadar fosfor (mg P/L)} \\ \hline = C \times fp \\ \hline \end{array}$$

Keterangan :

C : Kadar yang didapatkan dari hasil pengukuran (mg/L)

Fp : Faktor pengenceran

#### **G. Jenis dan Cara Pengumpulan Data**

##### **1. Data Primer**

Jenis data primer adalah kadar kalsium (Ca), zinc (Zn), fosfor (P) pada nugget kombinasi biji nangka, formula tempe dan ikan lemuru.

##### **2. Pengumpulan Data**

Pengumpulan data dilakukan dengan 1 perlakuan terbaik dari hasil analisis uji yang meliputi Kadar kalsium (Ca), zinc (Zn) dan fosfor (P) pada nugget kombinasi biji nangka, formula tempe dan ikan lemuru diperoleh dari Laboratorium Balai Standarisasi dan Pelayanan Jasa Industri Medan.

## **H. Pengolahan dan Analisis Data**

### **1. Pengolahan Data**

- a. Data analisis kadar kalsium (Ca), zinc (Zn) dan fosfor (P) pada sampel nugget akan dimasukkan kedalam tabel atau spreadsheet.
- b. Data analisis kadar kalsium (Ca) , zinc (Zn) dan fosfor (P) disajikan dalam satuan persen (%).

### **2. Analisis Data**

Hasil uji kimia di Laboratorium Balai Standarisasi dan Pelayanan Jasa Industri Medan dianalisis secara Eksperimental.