

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan April 2025 sampai bulan Mei 2026 di Laboratorium Teknologi Pangan dan laboratorium MSPM Poltekkes Kemenkes Medan Jurusan Gizi Lubuk Pakam.

Untuk uji fisik yaitu analisis warna dilakukan di di Fakultas Teknologi Hasil Pertanian (FTHP) Laboratorium Teknologi Pangan Universitas Brawijaya (UB).

Untuk uji kimia meliputi kadar logam berat timbal (Pb), Kadmium (Cd) dan Merkuri (Hg) dilakukan di PT. Saraswanti Indo Genetech di Bogor.

Untuk uji sifat fungsional tepung tulang ikan nila di Laboratorium Farmasi Universitas Sumatera Utara.

B. Jenis Penelitian

Penelitian ini menggunakan pendekatan analisis deskriptif kuantitatif dengan metode eksperimental laboratorium. Pendekatan ini bertujuan untuk mendeskripsikan secara sistematis fenomena yang diamati selama proses eksperimen yang dilakukan di laboratorium. Penelitian ini menganalisis karakteristik fungsional tepung tulang ikan nila (*Oreochromis niloticus*), meliputi warna, daya serap air, daya serap minyak, serta kadar logam berat *timbal* (Pb), *kadmium* (Cd), merkuri (Hg) dan pH. Kemudian dianalisis secara deskriptif dengan menghitung rata-rata (mean) dan simpangan baku (standar deviasi).

C. Rancangan Penelitian

Penelitian dilakukan secara eksperimental satu kelompok (one-group experiment) tanpa kelompok pembandingan (kontrol). Pengujian dilakukan dalam duplo (dua kali ulangan) agar hasil yang diperoleh lebih akurat Adapun perlakuan dalam penelitian ini hanya terdiri dari satu jenis sampel tepung tulang ikan nila, namun setiap parameter diuji sebanyak dua kali (P1A, P1B), sebagai berikut:

Tabel 8. Desain Perlakuan

No	Kode Perlakuan	Keterangan
1	P1A	Sampel tepung tulang ikan nila, ulangan ke-1
2	P1B	Sampel tepung tulang ikan nila, ulangan ke-2

D. Alat dan Bahan**1. Alat Pengolahan Tulang Ikan Nila**

2 buah baskom, 3 buah pisau, talenan, 2 buah mesh 100, 2 buah timbangan digital, presto (merk kirin), 1 bush alat penggiling (merk yamasuka), 4 buah serbet, cabinet dryer, 15 buah baki, 2 buah tampah

2. Alat Laboratorium

Color reader, Kemasan plastik PET, Kertas lakmus, Timbangan analitik, Gelas ukur, Pengaduk / vortex mixer, Sentrifuge, Tabung sentrifus, Stopwatch / timer, Pipet ukur, Hot plate atau microwave digester, Tabung digesti, ICP-MS (*Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*), Kertas saring dan corong.

3. Bahan Pengolahan Tulang Ikan Nila**Tabel 9. Bahan Penelitian**

No	Bahan	Jumlah	Satuan
1	Tulang Ikan Nila	29	Kg

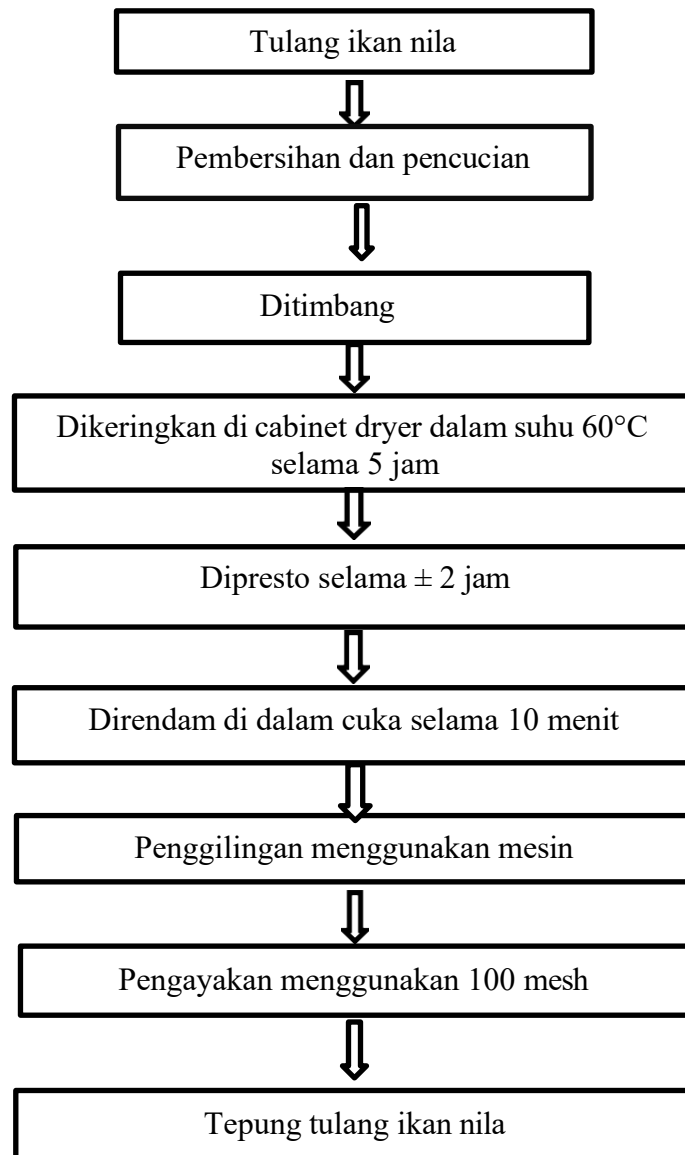
Tulang ikan nila yang diperoleh dari PT. Aquafarm sei rampah, Serdang Berdagai, Sumatera Utara. Ikan nila yang berasal dari Danau Toba, Sumatera Utara.

E. Prosedur Pengolahan Tepung Tulang Ikan Nila

Proses pengolahan tulang ikan nila menjadi tepung tulang ikan nila yaitu sebagai berikut:

1. Tulang ikan nila bersih, tanpa sirip, ekor dan daging sebanyak 29,000 gram, dicuci sampai bersih.
2. Tulang ikan nila direndam menggunakan cuka 50 ml dalam 1 kg per 1 liter air selama 10 menit.
3. Kemudian di presto selama ± 2 jam, hasil yang diperoleh 19,003 gram
4. Tulang yang sudah dipresto dikeringkan di cabinet dryer dengan suhu 60°C selama 5 jam, Hasil diperoleh 10,335 gram

5. Tulang yang sudah kering digiling menggunakan mesin alat penggiling hingga halus lalu diayak menggunakan ayakan 100 mesh



Gambar 4. Diagram Alir Pembuatan Tepung Tulang Ikan Nila

F. Jenis Data dan Cara Pengumpulan Data

1. Data Primer

Data yang dikumpulkan dalam penelitian ini merupakan data primer yang diperoleh melalui serangkaian pengujian laboratorium terhadap sampel tepung tulang ikan nila (*Oreochromis niloticus*). Pengumpulan data dilakukan melalui prosedur analisis fisik, sifat fungsional, dan kimia meliputi warna, pH, daya serap air, daya serap minyak, uji kadar logam berat *timbal* (Pb), *kadmium* (Cd), *merkuri* (Hg). Data hasil uji laboratorium dari masing-masing parameter tersebut dicatat dan dianalisis secara deskriptif untuk menggambarkan mutu fisik dan kimia dari tepung tulang ikan nila. Uji mutu kimia dilakukan di laboratorium Farmasi Universitas Sumatera Utara dan PT. Saraswanti Indo Genetech di Bogor.

2. Mutu Kimia

Untuk pengumpulan data dilakukan Uji Mutu Kimia meliputi uji kadar logam berat timbal (Pb), uji kadar logam berat kadmium (Cd), dan uji kadar logam berat merkuri (Hg) dilakukan di laboratorium PT. Saraswanti Indo Genetech di Bogor.

Cara pengumpulan data:

1. Persiapkan produk tepung tulang ikan nila sebanyak 100 gr.
2. Kemudian beri label, tgl pembuatan, pengemasan
3. Kemudian dimasukkan kedalam kotak styrofoam, lalu packing tulis alamat tujuan dan alamat pengirim lengkap. Cantumkan kontak yang dapat dihubungi lalu kirim menggunakan ekspedisi jasa pengiriman .
4. Dalam perjalanan memakan waktu ± 3 hari. Kemudian kita mengisi formulir pendaftaran uji kimia, dan menunggu hasil uji kimia ± 2 minggu. Hasil uji akan dikirimkan ke kontak yang kita cantumkan.

1. Uji Warna dengan color reader

Pengukuran dilakukan dengan sampel tepung tulang ikan nila yang sudah disiapkan dalam kemasan plastik berbahan pet, kemudian color reader ditempelkan pada permukaan kemasan. Tombol pembacaan diatur pada L*(lightness), a* (redness) dan b* (yellowness) dan tombol target ditekan, kemudian hasil dari pembacaan alat dicatat.

2. Daya Serap Air

Daya serap minyak pada tepung tulang ikan nila di uji di laboratorium Fakultas Farmasi Universitas Sumatera Utara menggunakan metode sentrifugasi. Tabung sentrifuse yang kosong dan kering ditimbang. Tepung ditimbang sebanyak 1 gr lalu disuspensi dengan 10 ml aquades. Suspensi kemudian divortex sebanyak 3x selama 5 menit dengan jeda 10 menit. Suspensi kemudian disentrifuse selama 30 menit dengan kecepatan 2000 rpm. Selanjutnya, bagian supernatan dibuang, dan endapan yang tertinggal beserta tabung ditimbang.

3. Daya Serap Minyak

Daya serap minyak pada tepung tulang ikan nila di uji di laboratorium Fakultas Farmasi Universitas Sumatera Utara menggunakan metode sentrifugasi. Tabung sentrifuse yang kosong dan kering ditimbang. Tepung ditimbang sebanyak 1 gr lalu disuspensi dengan 10 ml minyak kedelai. Suspensi kemudian divortex sebanyak 3x selama 5 menit dengan jeda 10 menit. Suspensi kemudian disentrifuse selama 30 menit dengan kecepatan 2000 rpm. Selanjutnya bagian supernatan dibuang, dan endapan yang tertinggal beserta tabung ditimbang.

Cara menghitung daya serap minyak dengan rumus sebagai berikut :

$$DSM (\%) = \left(\frac{c - a}{b} \right) \times 100\%$$

Keterangan:

a = berat tabung sentrifus kosong (g)

b = berat sampel tepung (g)

c = berat tabung sentrifus + endapan setelah sentrifugasi (g)

4. Kadar Logam Berat Timbal (Pb) dengan ICP MS (*Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*)

Kadar Logam berat Pb (Timbal) di uji di laboratorium PT Saraswanti Indo Genetech di Bogor dengan metode ICP MS (*Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*). Pemeriksaan dimulai dengan menimbang sekitar 0,5gram tepung tulang ikan nila dan memasukkannya ke dalam tabung digesti. Kemudian ditambahkan 5 mL asam nitrat pekat (HNO₃) dan 1 mL asam klorida (HCl) atau asam perklorat (HClO₄), lalu dipanaskan menggunakan hot plate atau microwave

digester hingga larutan menjadi jernih. Setelah dingin, larutan diencerkan dengan aquades 25 mL, dan disaring jika diperlukan. Larutan hasil dianalisis menggunakan ICP-MS.

$$\text{Kadar Logam (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W}$$

5. Kadar Logam Berat Kadmium (Cd) dengan ICP MS (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry)

Kadar Logam berat Cd (Kadmium) di uji di laboratorium PT Saraswanti Indo Genetech di Bogor dengan metode ICP MS (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry). Pemeriksaan dimulai dengan menimbang sekitar 0,5 gram tepung tulang ikan nila dan memasukkannya ke dalam tabung digesti. Kemudian ditambahkan 5 mL asam nitrat pekat (HNO_3) dan 1 mL asam klorida (HCl) atau asam perklorat (HClO_4), lalu dipanaskan menggunakan hot plate atau microwave digester hingga larutan menjadi jernih. Setelah dingin, larutan diencerkan dengan aquades 25 mL, dan disaring jika diperlukan. Larutan hasil dianalisis menggunakan ICP-MS.

$$\text{Kadar Logam (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W}$$

6. Kadar Logam Berat Merkuri (Hg) dengan Metode ICP MS (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry)

Kadar Logam berat Hg (Merkuri) di uji di laboratorium PT Saraswanti Indo Genetech di Bogor dengan metode ICP MS (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry). Pemeriksaan dimulai dengan menimbang sekitar 0,5 gram tepung tulang ikan nila dan memasukkannya ke dalam tabung digesti. Kemudian ditambahkan 5 mL asam nitrat pekat (HNO_3) dan 1 mL asam klorida (HCl) atau asam perklorat (HClO_4), lalu dipanaskan menggunakan hot plate atau microwave digester hingga larutan menjadi jernih. Setelah didinginkan, larutan diencerkan dengan aquades 25 mL, dan disaring jika diperlukan. Larutan hasil digesti tersebut dianalisis menggunakan ICP-MS.

$$\text{Kadar Logam (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W}$$

7. Kadar pH dengan metode potensiometri dengan alat pH meter digital

Prosedur dimulai dengan menimbang sekitar 1 gram tepung tulang ikan nila, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beker. Selanjutnya ditambahkan 10 mL akuades hingga membentuk suspensi. Sebelum pengukuran, pH meter dikalibrasi menggunakan larutan buffer standar pH 4,00 dan pH 7,00. Setelah kalibrasi selesai, elektroda pH meter dicelupkan ke dalam suspensi sampel.

G. Pengolahan dan Analisis Data

Data yang telah terkumpul diperiksa kelengkapannya, kemudian di entri menggunakan laptop dengan program SPSS versi 25.00. Data hasil pengulangan di analisis dengan deskriptif univariat dengan menghitung rata rata (mean) dan standar deviasi (SD) untuk setiap parameter yang diuji masing-masing dengan dua kali pengulangan (duplo). Analisis dilakukan dengan menghitung nilai rata-rata (mean), menghitung nilai maksimum dan minimum, Menghitung simpangan baku (standar deviasi). Kemudian dibandingkan dengan standar mutu SNI 7994:2014.