

III. BAHAN DAN METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dari bulan September sampai dengan Desember 2011 di Laboratorium Jurusan Ilmu Tanah Universitas Lampung dan Politeknik Negeri Lampung.

3.2 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : ayakan 3 mm, toples 2,5 kg, timbangan, sendok pengaduk, alat tulis, dan alat - alat laboratorium lainnya yang digunakan dalam analisis di Laboratorium.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : Batuan fosfat, limbah cair industri tapioka, larutan asam, dan bahan - bahan kimia untuk analisis P-total (HCl 25%), P larut (asam sitrat 2%), dan pH (Metode elektrometrik). Batuan fosfat yang digunakan berasal dari pertambangan batuan fosfat di Sukabumi Jawa Barat dan asal Selagai Lingga Lampung Tengah, yang mempunyai kadar P_2O_5 yang berbeda. Limbah cair industri tapioka diambil dari industri tapioka PT. Bumi Waras, Kekah, Lampung Tengah. Sedangkan pelarut asam yang digunakan adalah asam klorida (HCl) 1N, asam sulfat (H_2SO_4) 1N, dan asam asetat (CH_3COOH) 1N.

3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini disusun secara faktorial 4 x 2 dalam Rancangan Acak kelompok (RAK) dan 3 ulangan (kelompok).

Faktor pertama adalah jenis pelarut, yaitu

R₁ = limbah cair tapioka

R₂ = asam klorida (HCl) 1N

R₃ = asam sulfat (H₂SO₄) 1N

R₄ = asam asetat (CH₃COOH) 1N

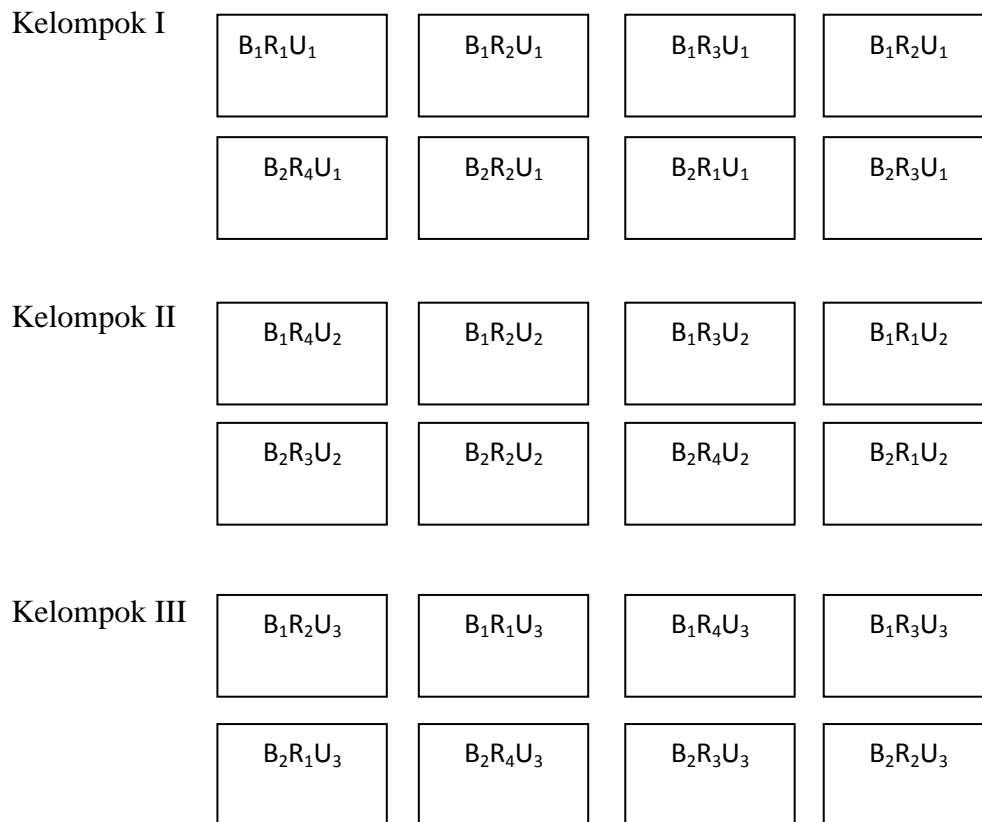
Faktor kedua adalah jenis batuan fosfat, yaitu:

B₁ = Batuan fosfat Sukabumi, Jawa Barat

B₂ = Batuan fosfat Selagai Lingga, Lampung Tengah

Pengamatan dilakukan sebanyak 4 kali yaitu pada 1 hari, 30 hari, 60 hari, dan 90 hari setelah inkubasi (perendaman).

Pengelompokan berdasarkan keserentakan dalam analisis batuan fosfat di Laboratorium. Tata letak percobaan dapat dilihat pada Gambar 1. Data yang diperoleh diuji homogenitasnya dengan Uji Bartlett dan aditivitasnya dengan Uji Tukey pada taraf nyata 5%. Kemudian data dianalisis dengan analisis ragam pada taraf nyata 5% dan perbedaan nilai tengah perlakuan diuji dengan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) pada taraf nyata 5% terhadap variabel utama P-larut. Kemudian dibuat korelasi antara variabel utama (P-larut) dengan variable pendukung (pH, dan P-total).



Gambar 1. Tata letak percobaan. B_1 = Batuan fosfat Sukabumi (Jawa Barat), B_2 = Batuan fosfat Selagai Lingga (Lampung Tengah), R_1 = limbah Cair Industri Nanas, R_2 = asam asetat (CH_3COOH) 1 N, R_3 = asam klorida (HCl) 25%, 1 N, R_4 = asam sulfat (H_2SO_4) 1 N

3.4 Pelaksanaan Penelitian

3.4.1 Persiapan

Menyediakan bahan berupa batuan fosfat, pelarut limbah cair industri tapioka, dan pelarut asam. Batuan fosfat dianalisis awal untuk mengetahui kadar P-total, P-larut, dan pH. Limbah cair industri tapioka dan pelarut asam dianalisis untuk mengetahui pH-nya. Dari hasil analisis batuan fosfat dan pelarut, didapatkan data awal seperti pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil analisis awal batuan fosfat alam.

Jenis Batuan Fosfat Alam	P-total (%P₂O₅)	P-terlarut (%P₂O₅)	pH
BFA Sukabumi (Jawa Barat)	14,24	3,77	5,76
BFA Selagai Lingga (Lampung Tengah)	25,63	7,08	5,96
Jenis Pelarut			
Limbah Cair Tapioka	–	–	4,44
Asam Asetat 1N	–	–	2,30
Asam klorida 1N	–	–	0
Asam Sulfat 1N	–	–	-0,30

P-total, P-larut, dan pH BFA dianalisis dilaboratorium dengan metode yang telah ditetapkan oleh Standard Nasional Indonesia (SNI 02-2801-1998), yaitu P-total dengan metode HCl 25%, P-larut dengan metode asam sitrat 2%, dan pH BFA diukur dengan metode elektrometrik (Sulaeman dkk., 2005).

Analisis P-total dilakukan dengan cara sampel (± 2 g) diabukan terlebih dahulu kemudian ditambahkan HCl 25% (± 10 ml), kocok selama 5 jam kemudian disentrifuse. Setelah disentrifius, sampel diberikan pereaksi P $((\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan K $(\text{SbO})\text{CH}_4\text{O}_6$) dan pewarna P (asam askorbat) lalu dikocok. Dibiarkan selama 30 menit, lalu ukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 693 nm. Adanya senyawa kompleks berwarna biru menunjukkan P-total.

Analisis P-larut dilakukan dengan cara sampel (± 2 g) yang ditambahkan asam sitrat 2%, kemudian ditambahkan ± 9 ml pereaksi P, kocok hingga homogen dengan *vortex*. Diukur dengan spektrofotometri pada panjang gelombang 466 nm. Senyawa kompleks (warna kuning) yang terbentuk dari hasil reaksi orthofosfat dengan amonium molibdat dan vanadat.

Nilai pH BFA diukur dengan cara menepungkan sampel BFA (± 10 g) yang ditambahkan dengan 50 ml aquades dan dikocok selama 30 menit. Suspensi sampel diukur dengan pH meter yang telah dikalibrasi.

3.4.2 Perendaman Batuan Fosfat dengan Pelarut

Batuan fosfat digiling kemudian diayak dengan ayakan < 3 mm. Disiapkan limbah cair industri tapioka yang diambil dalam keadaan segar, dan juga disiapkan pelarut asam. Tepung batuan fosfat (lolos saringan < 3 mm) ditimbang sebanyak kurang lebih 1 kg per toples. Kemudian batuan fosfat direndam dengan pelarut asam dan limbah air industri tapioka sebanyak 1 liter. Toples ditutup rapat dengan plastik agar tidak terjadi penguapan air yang berlebihan. Kemudian

seluruh toples perendaman ditempatkan di lokasi pada suhu normal selama inkubasi.

3.4.3 Pengambilan Sampel dan Analisis

Pada waktu awal inkubasi 1 hari setelah pencampuran (perendaman), dari setiap toples diambil sampelnya menggunakan spatula sebanyak 9 kali (dengan 3 titik masing-masing 3 kedalaman), kemudian sampel dikompositkan. Masing-masing sampel ditimbang sesuai kebutuhan untuk analisis P-larut, P-total, dan pH.

Analisis sampel dilakukan serentak untuk setiap ulangan (kelompok).

Pengambilan sampel dan analisis berikutnya dilakukan pada inkubasi 30 hari, 60 hari, dan 90 hari.

3.5 Pengamatan

3.5.1 Variabel Utama

Variabel utama yang diamati adalah analisis P larut dalam asam sitrat 2% (SNI).

3.5.2 Variabel Pendukung

Variabel pendukung yang diamati adalah:

- a. pH (Metode elektrometrik)
- b. P-total (HCl 25%)

Data variabel pendukung dikorelasikan dengan variabel utama.