

### **III. METODELOGI PENELITIAN**

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

Penelitian ini dilaksanakan dari bulan September 2011 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 sawit, larutan asam asetat, asam klorida, asam sulfat, 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 Selagai Lingga (Lampung Tengah) yang mempunyai kadar  $P_2O_5$  yang berbeda. Limbah cair industri sawit diambil dari industri sawit PT. Bumi Waras, sedangkan pelarut asam yang digunakan adalah asam klorida (HCl), asam sulfat ( $H_2SO_4$ ), dan asam asetat ( $CH_3COOH$ ).

### 3.3. Metode Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah perlakuan faktorial  $4 \times 2 \times 3$  yang disusun dalam Rancangan Acak kelompok (RAK) dengan 3 ulangan (kelompok). Tata letak toples percobaan dapat dilihat pada Gambar 6 (Lampiran). Faktor pertama adalah jenis *reagent* (pelarut) untuk asidulasi batuan fosfat (R), yaitu

$R_1$  = Limbah cair industri sawit

$R_2$  = Asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) 1 N

$R_3$  = Asam klorida ( $\text{HCl}$ ) 1 N

$R_4$  = Asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 1 N

Faktor kedua adalah jenis batuan fosfat (B), yaitu:

$B_1$  = Batuan fosfat alam (BFA) Sukabumi (Jawa Barat)

$B_2$  = Batuan fosfat alam (BFA) Selagai Lingga (Lampung Tengah)

Faktor ketiga adalah lama perendaman atau inkubasi (I), yaitu:

$I_1$  = Inkubasi 30 hari setelah perendaman

$I_2$  = Inkubasi 60 hari setelah perendaman

$I_3$  = Inkubasi 90 hari setelah perendaman

Normalitas pelarut asam yang digunakan adalah 1N guna mendapatkan kemasaman tertinggi, sedangkan limbah cair industri sawit yang digunakan berada dalam kondisi segar *insitu* dengan pH 3,5.

Pengelompokan berdasarkan keserentakan dalam perlakuan analisis. Data yang diperoleh diuji homogenitasnya dengan Uji Barlet dan aditivitasnya dengan Uji Tukey. Kemudian, perbandingan perlakuan diuji dengan uji BNT pada taraf 5% terhadap variabel utama P-larut dan P-total. Kemudian dibuat korelasi antara variabel utama (P-larut) dengan variabel pendukung (pH, dan P-total).

### 3.4. Pelaksanaan Penelitian

#### 3.4.1. Persiapan

Menyediakan bahan berupa batuan fosfat, *reagent* (pelarut) limbah cair industri sawit, dan pelarut asam. Batuan fosfat dianalisis awal untuk mengetahui kadar P-total, dan P-larut. Limbah cair industri sawit dan pelarut asam dianalisis untuk mengetahui pH-nya.

Dari hasil analisis laboratorium, didapatkan data awal seperti pada Tabel 1.

Tabel 4. Hasil analisis awal jenis batuan fosfat alam.

Jenis Batuan Fosfat Alam (BFA)	P total (%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	P larut (%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	pH
BFA Sukabumi (Jawa Barat)	14,24	3,78	5,76
BFA Selagai Lingga (Lampung Tengah)	25,63	7,08	5,96

Keterangan : Analisis P total dengan metode HCl 25%, analisis P larut dengan metode asam sitrat 2%, analisis pH dengan metode elektrometrik.

P total, P larut dan pH BFA dianalisis dilaboratorium dengan metode analisis pupuk 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 ( $\pm 2$  g) diabukan terlebih dahulu kemudian ditambahkan HCL 25% ( $\pm 10$  ml), dikocok selama 5 jam kemudian disentrifuse. Setelah disentrifuse, sampel diberikan pereaksi P  $((\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O})$  dan K  $(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$  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 ( $\pm 2$  g) yang ditambahkan asam sitrat 2%, kemudian ditambahkan  $\pm 9$  ml pereaksi P, kocok hingga homogen dengan *vortex*. Diukur dengan spektropotometri 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 sampel tepung BFA ( $\pm 10$  g) yang ditambahkan 50 ml aquades dikocok 30 menit. Suspensi sampel diukur dengan pH meter yang telah dikalibrasi.

Tabel 5. Hasil pengukuran kemasaman (pH) awal berbagai jenis *reagent*.

Jenis <i>reagent</i>	pH
Limbah cair industri kelapa sawit	3,5
Asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) 1 N	2,4
Asam klorida (HCl) 1 N	0,2
Asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 1 N	0

### 3.4.2. Perendaman Batuan Fosfat

Batuan fosfat digiling kemudian diayak sehingga lolos saringan < 3 mm. Disiapkan limbah cair industri sawit yang diambil dalam keadaan segar, dan juga disiapkan pelarut asam. Tepung batuan fosfat (lolos saringan < 3 mm) ditimbang sebanyak 1 kg per toples. Kemudian tepung batuan fosfat direndam dengan *reagent asidulan* (limbah cair industri sawit dan pelarut asam) sebanyak 1 liter. Toples ditutup dengan rapat agar tidak terjadi penguapan air yang berlebihan. Kemudian seluruh toples perendaman ditempatkan di lokasi penelitian pada suhu normal selama inkubasi.



Gambar 1. Toples perendaman BFA yang diasidulasikan dengan berbagai jenis *reagent* dalam penelitian.

### 3.4.3. Pengambilan Sampel dan Analisis

Pada waktu awal inkubasi, 1 hari setelah perendaman, sampel diambil dari setiap toples menggunakan sendok 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 (metode asam sitrat 2%) (SNI).

#### 3.5.2. Variabel Pendukung

Variabel pendukung yang diamati adalah P-total (metode HCl 25%) dan pH (Metode elektrometrik) (SNI).

Data variabel pendukung dikorelasikan dengan variabel utama.