

### **III. METODE PENELITIAN**

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

Proses granulasi dilaksanakan di Desa Pujo Asri Kecamatan Trimurjo Lampung Tengah. Sedangkan analisis dilaksanakan di Laboratorium Analisis Hasil Pertanian Jurusan Teknologi Hasil Pertanian dan Laboratorium Ilmu Tanah Jurusan Agroteknologi Fakultas Pertanian Universitas Lampung pada bulan Februari sampai April 2015.

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

Bahan baku utama yang digunakan untuk pembuatan pupuk organik granul adalah pupuk kompos kulit kakao dengan penambahan sekam padi dan kotoran sapi (Sularno, 2014). Bahan lain yang digunakan adalah bahan perekat berupa tepung tapioka dengan merk dagang Gunung Agung yang diproduksi oleh PT. Budi Acid Jaya Tbk, molases atau tetes tebu yang diperoleh dari PT. PSMI Waykanan, sludge IPAL industri karet remah yang diperoleh dari perusahaan PTP N 7 Unit Usaha Wayberulu.

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam analisis sampel adalah katalis campuran (kalium sulfat, tembaga sulfat dan logam selenium), asam salisilat,

asam sulfat pekat, asam fosfat pekat 85%, larutan NaOH 40%, dan 0,1 N indikator campuran (bromkesol hijau dan metal merah), larutan asam borat, HCl 1 N, larutan NaF 4% 0,025 N, larutan standar kalium bikromat 1 N, larutan standar amonium sulfat besi (2+) 0,5 N dan indikator difenilamin standar.

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah untuk peralatan di lapang berupa timbangan, ayakan 80 mesh , mesin penggiling (*grinder*) , *pan granulator* dengan diameter 1,3 m dan kecepatan putar 20 rpm, *spray*, seperangkat alat masak, boot, sarung tangan, terpal, masker, *stopwatch*, ayakan ukuran sedang (standar) (2–5 mm), ayakan ukuran besar (>5 mm), ayakan ukuran kecil (<2 mm). Sedangkan untuk peralatan laboratorium meliputi alat destruksi, alat destilasi, oven, labu semi-mikro Kjeldahl, alat pemanas semi-mikro Kjeldahl, buret, pipet tetes, pH meter, alat uji kekerasan yaitu pipa PVC dan anak timbangan 500 g.

### **3.3 Metode Penelitian**

Penelitian ini dilakukan dalam dua tahap. Pada tahap pertama dilakukan penelitian pendahuluan untuk menentukan konsentrasi yang terbaik pada setiap jenis bahan perekat yang digunakan. Pada tahap kedua dilakukan penelitian utama dengan perlakuan penggunaan jenis bahan perekat pada konsentrasi terbaik yang diperoleh dari hasil penelitian pendahuluan. Penelitian utama dilakukan menggunakan 3 perlakuan jenis bahan perekat yaitu tepung tapioka (T), molases (M), sludge IPAL industri karet (S) diulang sebanyak 3 kali dan 1 perlakuan sebagai kontrol (perekat diganti 100% air).

Pengamatan yang dilakukan meliputi pengamatan sifat fisik dan kimia. Untuk pengamatan kimia meliputi pH, kandungan C-organik, N-total, rasio C/N, serta kandungan P dan K. Sedangkan sifat fisik meliputi uji persentase ukuran granul (diameter 2-5 mm), uji tingkat kekerasan, *Bulk Density* (Densitas Kamba), dan daya serap air (DSA). Data yang diperoleh disajikan dalam bentuk tabel dan grafik yang dianalisis secara deskriptif.

### **3.4 Pelaksanaan Penelitian**

#### **3.4.1 Penelitian Pendahuluan**

Penelitian pendahuluan dilakukan untuk mencari konsentrasi dan volume terbaik pada ketiga jenis bahan perekat yang digunakan. Untuk bahan perekat tepung tapioka dilakukan dengan konsentrasi 1%, 2%, 3% , 4% dan 5% b/v. Tepung tapioka dilarutkan ke dalam air kemudian dipanaskan sampai sampai terbentuk gel dan didinginkan sebelum digunakan. Pada sludge IPAL industri karet dilakukan dengan beberapa konsentrasi 5%, 10%, 15%, 20% dan 25% v/v. Sedangkan pada perekat molases dilakukan dengan beberapa konsentrasi yaitu 5%, 10%, 15%, 20% dan 25% v/v.

Masing-masing bahan perekat yang telah disiapkan kemudian dimasukkan kedalam alat semprot atau spray sebelum diaplikasikan. Tahap selanjutnya yaitu proses granulasi yang dilakukan secara sederhana menggunakan tampah yang terbuat dari anyaman bambu. Kompos yang telah disiapkan sebanyak ½ kg diletakan di atas tampah kemudian dilakukan pemutaran secara manual sambil disemprotkan bahan perekat yang telah disiapkan sebelumnya sampai seluruh bahan terbentuk

granul. Selama proses penyemprotan berlangsung volume bahan perekat atau air yang digunakan dicatat. Setelah inti granul terbentuk kemudian dilakukan pengeringan menggunakan penjemuran langsung di bawah sinar matahari hingga kadar air butiran granul mencapai 8% - 20%. Kadar air pupuk organik granul dapat diketahui dengan menggunakan metode gravity dan dihitung dengan rumus :

$$KA = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \%$$

Dimana : KA = kadar air (%)

m1 = Masa pupuk awal (gram)

m2 = Masa pupuk akhir (gram)

Penentuan konsentrasi terbaik pada penelitian ini diamati dari tingkat kekerasan granul (saat hasil perhitungan menunjukkan nilai > 80%) dan persentase ukuran granul 2-5 mm tertinggi.

### 3.4.2 Penelitian Utama

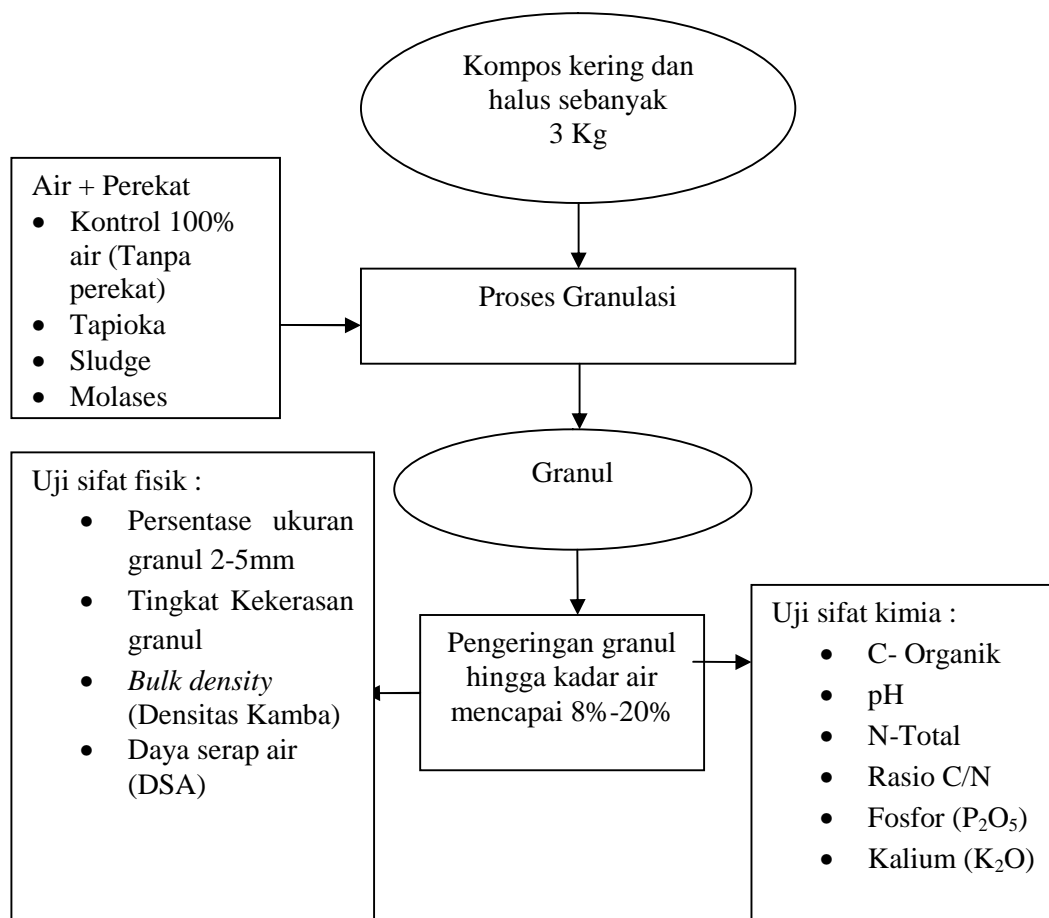
#### a. Persiapan Bahan baku

Kompos yang akan digunakan sebagai bahan baku utama dikeringkan dengan menggunakan pengeringan langsung di bawah sinar matahari. Selanjutnya dilakukan penghalusan dengan menggunakan mesin penghalus (*grinder*), kemudian dilakukan pengayakan dengan ayakan 80-100 mesh untuk memperoleh kompos yang lebih halus dan seragam. Bahan perekat yang akan digunakan disiapkan dengan konsentrasi hasil penelitian pendahuluan yang telah dilakukan. Setiap satuan percobaan digunakan 3 kg kompos dalam kondisi kering dan halus.

## **b. Proses Granulasi**

Bahan kompos yang sudah halus sebanyak 2,5 kg dimasukkan ke dalam mesin *pan granulator*. Pada saat *pan granulator* berputar, sedikit demi sedikit bahan perekat disemprotkan menggunakan spray ke permukaan hingga cairan perekat membasahi campuran bahan. Selama proses ini berlangsung sisa kompos sebanyak 0,5 kg ditaburkan secara perlahan diatas *pan granulator* hingga seluruh bahan terbentuk butiran granul. Setelah granul terbentuk kemudian mesin granulator dimatikan dan dilakukan pengeringan terhadap granul dengan penjemuran langsung dibawah sinar matahari hingga kadar air butiran granul mencapai 8% - 20%. Kemudian dilakukan pengujian secara fisik dan kima yang meliputi pH, kandungan C-organik, N-total, Pospat, Kalium, rasio C/N, uji keseragaman ukuran granul 2-5 mm, uji tingkat kekerasan, *Bulk Density* (Densitas Kamba), daya serap air (DSA).

Diagram alir proses pembuatan pupuk organik granul dapat dilihat pada Gambar1.



Gambar 1. Diagram alir proses pembuatan pupuk organik granul

### 3.5 Pengamatan

Pengamatan yang dilakukan terhadap pupuk organik granul berbahan baku kompos adalah persentase ukuran granul 2-5mm (Isroi, 2009), uji tingkat kekerasan (Saade, 2010), *Bulk Density* (Densitas Kamba), Daya serap air (DSA) (Utari, 2014), pH (AOAC, 1990), C-organik dengan metode Walkey and Black (Thom dan Utomo, 1991), N-total dengan metode semi-mikro Kjeldahl yang dimodifikasi (Thom dan Utomo, 1991), rasio C/N, Fosfor (P) dengan metode Bray

1 atau Bray 2 (Priyono, 2012), serta Kalium (K) dengan metode Flame photometer (Priyono, 2012).

### 1. Persentase ukuran granul 2 – 5 mm

Pengamatan persentase ukuran granul mengacu pada Isroi (2009). Keseragaman ukuran granul adalah bentuk granul yang diperoleh dari proses granulasi dengan ukuran granul yang seragam antara granul yang lain. Sebanyak 500 g sampel dilakukan pengayakan dengan ukuran mesh yang berbeda-beda. Pengayakan dibagi menjadi tiga kelompok, yaitu : granul ukuran standar (2–5 mm), granul ukuran besar (>5 mm), dan granul ukuran kecil (< 2 mm). Ukuran granul yang sesuai standar yaitu 2 – 5 mm (Isroi, 2009). Setelah diperoleh granul dalam masing-masing kategori, kemudian dilakukan perhitungan persentase keseragaman ukuran granul pada granul yang sesuai standar.

$$\text{Persentase ukuran (2-5mm)} = \frac{\text{Berat Granul 2-5mm}}{\text{Berat sampel}} \times 100\%$$

### 2. Uji Tingkat Kekerasan

Pengamatan Uji tingkat kekerasan mengacu pada Saade (2010). Uji tingkat kekerasan granul dilakukan untuk mengetahui tingkat kekerasan pada pupuk organik granul. Uji tingkat kekerasan granul menggunakan pipa PVC dengan panjang 1 meter, ayakan 0,5 mm dan anak timbangan dengan bobot 500 g. Ukuran diameter pipa PVC kurang sedikit dari diameter anak timbangan. Pertama, pipa PVC dipasang berdiri tegak lurus dan pada mulut bagian bawah

diletakkan granul atau sampel sebanyak 5 g. Agar sampel tersebut mendapat tekanan yang sama maka diatur rata sesuai dengan dasar alas dan luas mulut pipa PVC. Selanjutnya, anak timbangan dijatuhkan pada ketinggian satu meter atau sama panjang dengan ukuran diameter pipa PVC. Sampel yang telah hancur tersebut disaring dengan menggunakan ayakan 0,5 mm. Persentase granul yang tidak lolos ayakan 0,5 mm merupakan tingkat kekerasan granul uji tersebut (Saade, 2010). Tingkat kekerasan granul dapat dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Tingkat Kekerasan} = \frac{\text{Berat Granul Tidak lolos ayakan}}{\text{Berat sampel}} \times 100 \%$$

### 3. *Bulk Density* (Densitas Kamba)

Pengujian *Bulk Density* mengacu pada Utari (2014). Uji *Bulk Density* digunakan untuk mengetahui kekompakan bahan sehingga ikatan antara partikel penyusun granul menjadi lebih rapat. Densitas kamba ( $\rho$ ) dinyatakan dalam satuan massa granul per volume. Langkah pertama dalam menentukan densitas kamba yaitu menyiapkan dan menimbang gelas beker. Kemudian pupuk organik granul yang akan diuji dimasukkan ke dalam gelas beker tersebut lalu granul dimampatkan hingga mencapai volume konstan. Setelah itu, granul ditimbang dan ditentukan massanya dengan cara mengurangi massa gelas beker + granul dengan massa gelas beker kosong. Densitas pupuk organik granul dihitung dengan rumus:

$$\rho = \frac{m}{v}$$

dimana:  $\rho$  = densitas ( $g/cm^3$ )  
 $m$  = massa pupuk (g)  
 $v$  = volume pupuk ( $cm^3$ )



#### 4. Daya Serap Air (DSA)

Pengujian daya serap air mengacu pada Utari (2014) yang di modifikasi. Daya serap air merupakan pengujian yang bertujuan untuk mengetahui daya penyerapan granul terhadap air saat granul terendam dalam air. Pengujian ini dilakukan dengan beberapa langkah, yaitu pertama meletakkan cawan kosong ke dalam oven selama 1 jam dengan suhu 105° C. Lalu menimbang 5 gram pupuk granul yang akan diuji. Kemudian granul direndam dengan air hingga seluruh permukaan granul tertutup selama 1 jam. Setelah itu rendaman disaring dengan kertas saring selama 30 menit. Granul yang telah disaring, dimasukkan ke dalam cawan dan dimasukkan ke dalam desikator selama ±5 menit serta ditimbang. Daya serap granul terhadap air dihitung dengan persamaan:

$$\text{Daya serap air} = \frac{m_1 - m_2}{n} \times 100 \%$$

dimana :  $m_1$  = massa granul basah (g)  
 $m_2$  = massa granul kering (g)

#### 5. Pengukuran Derajat Keasaman (pH)

Pengamatan pH mengacu pada AOAC (1990), yaitu dengan menggunakan pH meter, pengukuran dilakukan pada akhir terbentuk granul yang telah kering. Sebanyak 10 g sampel dicampur dengan 50 ml air mineral, didiamkan selama 24 jam dan kemudian dilakukan pengukuran pH. Sebelum dilakukan pengukuran, pH meter harus distandarisasi dahulu dengan menggunakan larutan buffer pH 7,0 atau pH 4,0. Selanjutnya dilakukan pengukuran terhadap larutan sampel dengan

elektrodanya ke dalam larutan sampel dan biarkan beberapa saat sampai diperoleh pembacaan yang stabil.

## **6. Nitrogen Total**

Kandungan N-total pada pupuk organik granul dianalisis dengan menggunakan Metode Semi-Mikro Kjeldahl (Thom dan Utomo, 1991). Pengukuran ini dilakukan pada akhir terbentuknya pupuk organik granul yang sudah kering. Sebanyak 1 g sampel ditempatkan dalam labu semi-mikro Kjeldahl 100ml, kemudian ditambahkan 5ml larutan asam sulfat salisilat dan dibiarkan selama beberapa jam pada suhu ruangan. Setelah itu labu dipanaskan dengan alat pemanas sampai berhenti berbuih. Kemudian labu didinginkan dan ditambahkan 1,1 g campuran katalis. Labu diletakkan di atas alat pemanas, panas ditingkatkan hingga proses perombakan selesai dan campuran dalam labu mendidih secara perlahan-lahan selama 5 jam. Suhu pemanasan selama pendidihan ini diatur sehingga asam sulfat mengkondensasi kira-kira sampai sepertiga bagian atas leher labu. Setelah perombakan selesai, labu dibiarkan dingin dan ditambahkan 10 ml air destilata. Kemudian diaduk secara perlahan hingga padatan berubah menjadi suspensi dan labu dibiarkan menjadi dingin.

Sampai tahap ini, labu ditutup untuk dilakukan destilasi. Peralatan destilasi disiapkan dengan pemanasan generator uap sampai mendidih. Cairan dari labu destilasi ditransfer dan labu pengurai dibilas dengan air destilata (5ml) sebanyak 2 kali dan air bilasannya ditransfer ke labu destilasi. Labu dihubungkan ke peralatan destilasi uap, system destilasi uap ditutup, dan kemudian diletakkan

sebuah erlenmeyer 100 ml yang berisi 25ml asam borat dibawah kondensor. Kemudian ditambahkan NaOH 40% sebanyak 20 ml dengan menggunakan corong dan dialirkan secara perlahan ke dalam labu destilata. Generator uap dihentikan ketika larutan destilata mencapai kira-kira 40 ml. Ujung tabung destilasi dibilas dan labu erlenmeyer yang mengandung bahan destilata diambil. Titrasi larutan destilata dengan HCL 0,025 N standar dengan menggunakan buret. Perubahan warna pada titik akhir adalah dari hijau menjadi merah jambu.

Perhitungan:

$$\% N = \frac{N \times ml \times 14}{\text{berat sampel (mg)} \times 10} 10$$

## 7. Total C-organik

Kandungan C-organik pupuk organik granul dianalisis dengan menggunakan metode Walkey and Black (Thom dan Utomo, 1991). Sampel sebanyak 0,2 g yang lolos ayakan 2 mm ditimbang dan dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 ml. Sebanyak 10 ml kalium bikromat 1 N ditambahkan ke dalam labu. Kemudian ditambahkan 15 ml asam sulfat pekat dan digoyang secara perlahan dengan cara memutar labu selama 2 menit. Diusahakan agar sampel tidak naik keatas sisi bagian atas gelas labu sehingga tidak terjadi kontak dengan pereaksi. Labu akan menjadi panas saat asam sulfat ditambahkan dan dibiarkan selama 30 menit.

Sebanyak 100 ml air ditambahkan dan dibiarkan hingga dingin kemudian di tambahkan 5 ml asam fosfat pekat, 2,5 ml larutan NaF 4% dan 5 tetes indikator

difenilamin. Sampel dititrasi dengan larutan ammonium sulfat besi ( $2^+$ ) 0,5 N hingga warna larutan berubah dari coklat kehijauan menjadi lebih keruh (*turbid blue*). Kemudian dititrasi tetes demi tetes dan labu digoyang terus menerus hingga warna berubah dengan tajam menjadi hijau terang. Sampel blangko disiapkan dan dilakukan prosedur yang sama.

Perhitungan :

$$\% C = \frac{\text{ml K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times (1 - \frac{s}{t})}{\text{berat sampel tanah}} \times 0,3886 \%$$

Keterangan : s = ml titrasi sampel  
t = ml titrasi blanko

## 8. Rasio C/N

Pengukuran rasio C/N dilakukan dengan menghitung perbandingan nilai Total C-organik dan Nitrogen Total yang diperoleh dari data hasil analisis.

Perhitungan :

$$\text{Rasio C/N} = \frac{\text{Nilai C-Organik}}{\text{Nilai N-Total}}$$

## 9. Analisis Fosfor (P)

Kandungan Fosfor (P) dianalisis dengan menggunakan metode Bray 1 atau Bray 2 (Priyono, 2012). Pupuk organik granul kering yang telah lolos ayakan 0.5 mm ditimbang seberat 2 gr, kemudian masukkan botol kocok dan tambahkan 20ml pengeskrak Bray 1 atau Bray 2 (ditentukan oleh pH tanah) kemudian dikocok selama 5 menit pada mesin pengocok . Setelah selesai saring larutan dengan

kertas saring whatman 42 dan filtrat saringan ditampung. Pipet 5 ml hasil saringan dan dimasukkan dalam tabung reaksi, ditambahkan 20 ml aquadest dan reagen B sebanyak 8 ml, didiamkan selama 20 menit. Selanjutnya, ditetapkan absorban dengan spectronic 21 pada panjang gelombang 882 nm demikian juga dengan deret standard P. Konversi bacaan % absorban dan dihitung besarnya mgL-1P berdasarkan garis regresi dari pada kurva standard P yang diperoleh.

Perhitungan :

$$P.\text{tersedia (mgL-1)} = \frac{\text{Bacaan sampel} - A \times \text{pengenceran} \times F_{ka}}{B}$$

#### 10. Analisis Kalium (K)

Kandungan Kalium (K) dianalisis dengan menggunakan metode Flame photometer (Priyono, 2012). Sampel sebanyak 1 g yang telah lolos ayakan 0.5 mm dimasukkan dalam tabung sentrifuge dan ditambahkan 10 ml aquades, kocok selama 30 menit dan setelah itu disentrifuge selama 10 menit. Selanjutnya dibuang cairan yang dihasilkan kemudian ditambahkan 10 ml NH<sub>4</sub>OAc pH 7 ke dalam tabung yang masih terdapat sampelnya, dikocok pada mesin pengocok selama 60 menit. Setelah itu, sampel disentrifuge selama 10 menit, saring dengan kertas saring filtrat yang dihasilkan ditampung selanjutnya ditambahkan 10ml NH<sub>4</sub>OAc pH 7 ke dalam tabung, kocok dan sentrifuge selama 10 menit dan ditambahkan 10 ml NH<sub>4</sub>OAc 1N pH 7 yang mengandung 1% NH<sub>4</sub>Cl 1N ke dalam tabung, kocok dan sentrifuge selama 10 menit. Saring dan filtrat ditampung kembali ke wadah yang sama. Filtrat kemudian diukur kadar K

menggunakan Flame photometer kemudian dicatat bacaan pada alat flame photometer. Konversi bacaan berdasarkan garis regresi dari pada kurva standard K yang diperoleh.

Perhitungan :

$$K(\text{me}/100\text{gr}) = \frac{\text{Bacaan sampel} - A \times \text{Pengenceran} \times \text{Fka}}{B}$$