

### **III. BAHAN DAN METODE**

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

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Ilmu Tanah Jurusan Agroteknologi Fakultas Pertanian Universitas Lampung dari Bulan Juni 2014 sampai Januari 2015.

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

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan fosfat murni ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) konsentrasi 0,10, 25, 50,75, dan 100 mg P L<sup>-1</sup>,  $\text{CaCl}_2$  1 M, ammonium molibdat ( $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), antimonil kalium tartrat, asam sulfat pekat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), asam askorbat, kotoran ayam,  $\text{FeCl}_3$ , aquades, konkresi besi yang diambil dari PT.GGP Lampung Tengah, dan Tanah Ultisol yang diambil dari Kebun Percobaan Unila di Natar Lampung Selatan. Sedangkan alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu timbangan, ayakan 0,5 mm, mortar, *shaker* (alat pengocok), dan alat-alat yang digunakan dalam analisis P berupa spektrofotometer, tabung reaksi, erlenmeyer 100 ml, pipet 10 ml, kertas saring whatman, gelas ukur, beaker gelas, labu ukur 1000 ml, sentrifuge, cuvet, dan botol pengocok.

### 3.3 Metode Penelitian

Untuk menjawab pertanyaan dalam perumusan masalah dan untuk menguji hipotesis digunakan Model Langmuir.

Perlakuan yang diterapkan dalam penelitian ini terdiri atas 5 perlakuan antara lain:

T = 100% Tanah; TF = 98% Tanah + 2% FeCl<sub>3</sub>; TFB = 93% Tanah + 2% FeCl<sub>3</sub> + 5% BO; TK = 80% Tanah + 20% Konkresi; TKB = 75% Tanah + 20% Konkresi + 5% BO.

Sedangkan larutan seri dari KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 1.000 mg P L<sup>-1</sup> dan CaCl<sub>2</sub> 1M yang digunakan yaitu T1 = konsentrasi 0 mg P L<sup>-1</sup> + 10 mmol L<sup>-1</sup> CaCl<sub>2</sub>,

T2 = konsentrasi 10 mg P L<sup>-1</sup> + 10 mmol L<sup>-1</sup> CaCl<sub>2</sub>, T3 = konsentrasi 25 mg P L<sup>-1</sup> + 10 mmol L<sup>-1</sup> CaCl<sub>2</sub>, T4 = konsentrasi 50 mg P L<sup>-1</sup> + 10 mmol L<sup>-1</sup> CaCl<sub>2</sub>,

T5 = konsentrasi 75 mg P L<sup>-1</sup> + 10 mmol L<sup>-1</sup> CaCl<sub>2</sub>,

dan T6 = konsentrasi 100 mg P L<sup>-1</sup> + 10 mmol L<sup>-1</sup> CaCl<sub>2</sub>

### 3.4 Pelaksanaan Penelitian

#### 3.4.1 Persiapan Awal Penelitian

##### 3.4.1.1 Persiapan Sampel Tanah

Sampel tanah yang diambil dari Kebun Percobaan Unila di Natar Lampung Selatan pada kedalaman 10-20 cm dikeringudarkan, kemudian ditumbuk, lalu diayak dengan menggunakan ayakan 0,5 mm dan dimasukkan ke dalam kantong plastik berlabel.

#### *3.4.1.2 Persiapan Konkresi*

Konkresi yang diambil dari PT.GGP Lampung Tengah dikeringudarkan, kemudian ditumbuk, lalu diayak dengan menggunakan ayakan 0,5 mm dan dimasukkan ke dalam kantong plastik berlabel.

#### *3.4.1.3 Persiapan Kotoran Ayam*

Kotoran ayam yang menjadi bahan organik (BO) dalam perlakuan ini diambil dari PT Protindo Karisma Utama di Katibung Lampung Selatan lalu dikeringudarkan, kemudian ditumbuk, dan diayak dengan menggunakan ayakan 0,5 mm dan dimasukkan ke dalam kantong plastik berlabel.

### **3.4.2 Penerapan Perlakuan**

Penelitian ini menggunakan 5 perlakuan yaitu 100% Tanah (500 g), 98% Tanah (490 g) + 2% FeCl<sub>3</sub> (10 g), 93% Tanah (465 g)+ 2% FeCl<sub>3</sub> (10 g)+ 5% BO (25 g), 80% Tanah (400 g) + 20 % Konkresi (100 g), dan 75% Tanah (375 g)+ 20% Konkresi (100 g) + 5% BO (25 g). Pada masing-masing perlakuan dimasukkan ke dalam toples plastik dan diberi label, lalu diaduk hingga tercampur rata.

#### **3.4.3 Pembuatan Larutan KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 1.000 mg P L<sup>-1</sup> dan Larutan CaCl<sub>2</sub> 1M**

Pembuatan larutan konsentrasi KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 1.000 mg P L<sup>-1</sup> yaitu dengan melarutkan 4,3931 g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> dengan aquades ke dalam labu ukur berukuran 1.000 ml sampai tanda batas. Sedangkan membuat larutan CaCl<sub>2</sub> 1M diperlukan 147 g CaCl<sub>2</sub> yang dilarutkan ke dalam labu ukur berukuran 1.000 ml dengan aquades sampai tanda batas.

### 3.4.4 Pembuatan Larutan Seri

Larutan seri yang dibuat dalam penelitian ini yaitu 0 mg P L<sup>-1</sup>, 10 mg P L<sup>-1</sup>, 25 mg P L<sup>-1</sup>, 50 mg P L<sup>-1</sup>, 75 mg P L<sup>-1</sup>, dan 100 mg P L<sup>-1</sup> yang mengandung masing-masing 10 mmol L<sup>-1</sup> CaCl<sub>2</sub>. Pembuatan larutan seri 10 mg P L<sup>-1</sup> yaitu dengan memasukkan 10 ml larutan KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 1.000 mg P L<sup>-1</sup> ke dalam labu ukur berukuran 1 liter kemudian tambahkan 10 ml larutan CaCl<sub>2</sub> 1M lalu tambahkan aquades hingga tanda batas. Sedangkan membuat larutan seri 25 mg P L<sup>-1</sup> yaitu dengan memasukkan 25 ml larutan KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 1.000 mg P L<sup>-1</sup> ke dalam labu ukur berukuran 1 liter kemudian tambahkan 10 ml larutan CaCl<sub>2</sub> 1M lalu tambahkan aquades hingga tanda batas. Lakukan hal yang sama sampai pada konsentrasi 100 mg P L<sup>-1</sup>, disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Larutan Seri.

Konsentrasi Larutan Seri mg P L <sup>-1</sup>	Larutan KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> 1.000 mg P L <sup>-1</sup>	Larutan CaCl <sub>2</sub> 1M .....ml.....	Volume Akhir
0	0	10	1.000
10	10	10	1.000
25	25	10	1.000
50	50	10	1.000
75	75	10	1.000
100	100	10	1.000

### 3.4.5 Pembuatan Larutan Pengekstrak Bray 1

Prosedur pembuatan larutan Bray yaitu larutkan 3,7 g NH<sub>4</sub>F ke dalam 100 ml aquades. Kemudian 4,15 ml HCl ditambahkan ke dalam 100 ml aquades. Selanjutnya, diambil 30 ml NH<sub>4</sub>F 1 N dan 50 ml HCl 0,5 N lalu masukkan kedalam labu ukur 1 L dan ditambahkan aquades hingga tanda batas labu ukur.

### 3.4.6 Pembuatan Larutan Standar

#### 3.4.6.1 Pembuatan Larutan Standar 100 mg P L<sup>-1</sup>

Larutkan 0,43931 g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> dengan aquades ke dalam labu ukur berukuran 1.000 ml hingga tanda batas.

#### 3.4.6.2 Pembuatan Larutan Standar 25 mg P L<sup>-1</sup>

Dari larutan standar 100 mg P L<sup>-1</sup> diambil 25 ml lalu diencerkan dengan aquades hingga volume 100 ml. Pembuatan larutan standar 0,5 mg P L<sup>-1</sup> yaitu dengan memasukkan 2 ml larutan standar 25 mg P L<sup>-1</sup> ke dalam botol berukuran 100 ml kemudian tambahkan aquades hingga tanda batas. Lakukan hal yang sama sampai pada konsentrasi 2,5 mg P L<sup>-1</sup>, dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Larutan Standar.

Konsentrasi Larutan Standar mg P L <sup>-1</sup>	25 mg P L <sup>-1</sup> Standar .....ml.....	Volume Akhir
0	0	100
0,5	2	100
1	4	100
1,5	6	100
2	8	100
2,5	10	100

### 3.4.7 Pembuatan Larutan Kerja

#### 3.4.7.1 Larutan Ammonium Molibdat

Larutkan 62,5 g ammonium molibdat ((NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O) dengan 200 ml aquades hingga terlarut sempurna, lalu tambahkan 1,45 g antimonil kalium tartrat .

Tambahkan 750 g asam sulfat pekat ( $H_2SO_4$ ) hingga menjadi dingin dan kemudian di tambahkan aquades hingga volume mencapai 1 L, lalu aduk hingga terlarut sempurna.

#### 3.4.7.2 Larutan Asam Askorbat

Larutkan 105,6 g asam askorbat dengan 500 ml aquades hingga terlarut, lalu tambahkan aquades hingga volume mencapai 1 L, kemudian aduk kembali hingga terlarut sempurna. Untuk pembuatan larutan kerja sebanyak 100 ml diperlukan larutan ammonium molibdat sebanyak 2 ml kemudian masukkan larutan asam askorbat sebanyak 1 ml lalu tambahkan akuades hingga volume 100 ml.

Perbandingan antara larutan ammonium molibdat dan asam askorbat yaitu 2:1, dapat dilihat di Tabel 3.

Tabel 3. Larutan Kerja.

Ammonium Molibdat	Asam Askorbat	Volume Akhir
..... ml.....		
2	1	100
5	2,5	250
10	5	500
15	7,5	750
20	10	1.000

#### 3.4.8 Penetapan P Tersedia dan pH tanah

Penetapan P tersedia menggunakan pengekstrak Bray, pada masing-masing sampel perlakuan ditimbang sebanyak 1,5 g kemudian dimasukkan kedalam botol kocok. Selanjutnya ditambahkan 15 ml pengekstrak Bray lalu shaker selama 30 menit, kemudian saring menggunakan kertas saring. Larutan jernihnya diambil 5 ml lalu dimasukkan kedalam tabung reaksi dan ditambahkan 10 ml larutan kerja.

Ditunggu selama 10-30 menit hingga warnanya menjadi biru. Selanjutnya ukur transmitannya dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 720 nm (Utomo, 1991).

Sedangkan penetapan pH menggunakan metode elektrometrik. Masing-masing sampel perlakuan ditimbang sebanyak 5 g kemudian dimasukkan ke dalam botol kocok. Lalu ditambahkan 12,5 ml aquades dan di kocok selama 30 menit, kemudian ditunggu selama 10-20 menit sampai terpisah antara larutan dan padatan. Selanjutnya diukur dengan menggunakan pH meter (Utomo, 1991).

#### **3.4.9 Penetapan Jerapan P Tanah**

Penetapan jerapan P menggunakan metode Isotermal Langmuir. Sampel tanah masing-masing ditimbang 1,5 g dan dimasukkan ke dalam botol kocok, lalu ditambahkan 15 ml larutan seri. Terdapat 6 tingkat konsentrasi P larutan seri yang digunakan yaitu : 0, 10, 25, 50, 75, dan 100 mg P L<sup>-1</sup> yang ditambahkan masing-masing 10 ml CaCl<sub>2</sub> 1M pada masing-masing konsentrasi (larutan ini diuji kembali konsentrasi P-nya untuk penetapan konsentrasi P awal).

Suspensi tanah dikocok selama 2 jam menggunakan shaker. Setelah itu, suspensi tanah disentrifusi selama 10 menit dengan kecepatan 3.000 rpm kemudian disaring dan ekstrak jernih digunakan untuk pengukuran P. Dari larutan jernih tersebut diambil 5 ml dan dimasukkan kedalam tabung reaksi dengan menambahkan 10 ml larutan kerja yang kemudian diukur P nya dengan menggunakan spektrofotometer dengan panjang gelombang 720 nm. Prosedur ini dilakukan dengan 5 perlakuan yaitu murni Tanah, Tanah + FeCl<sub>3</sub>, Tanah + FeCl<sub>3</sub>+ BO, Tanah + Konkresi, dan

Tanah + Konkresi + BO, masing-masing perlakuan dilakukan sebanyak 2 kali (duplo) (Balai Penelitian Tanah, 2005).

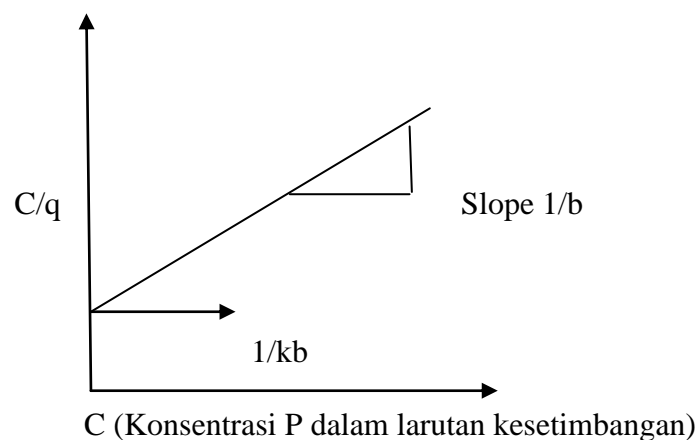
### 3.4.10 Analisis Jerapan P Tanah Metode Langmuir

Jerapan P dihitung dengan menggunakan metode Isotermal Langmuir (Fox dan Kamprath, 1970) dengan persamaan yang telah diuraikan dalam Bahan dan

Metode:

$$C/q = (1/kb) + C/b$$

dimana:  $C/q$  = indeks jerapan (kg/l)  
 $k$  = energi ikatan  
 $b$  = jerapan maksimum  
 $C$  = konsentrasi P larutan setimbang (mg/l)



Gambar 1. Contoh kurva linier jerapan Langmuir

Jerapan P didapat dengan cara mengurangi konsentrasi P awal dengan konsentrasi P dalam larutan kesetimbangan. Berdasarkan konsentrasi P larutan kesetimbangan ( $C$ ) dan jerapan yang diperoleh ( $q$ ) dari masing-masing perlakuan dapat dihitung jerapan maksimum P ( $b$ ) dan konstanta energi ikatan P ( $k$ ) dari tapak jerapan. Parameter tersebut didapat dengan memplotkan nilai  $C$  pada



sumbu x dan nilai indeks jerapan P pada sumbu y. Selanjutnya kurva jerapan dibuat dengan memplotkan  $C/q$  sumbu y dan  $C$  pada sumbu x. Selain itu penetapan jerapan maksimum ( $b$ ) dan konsentrasi energi ikatan ( $k$ ) dari tapak jerapan dapat pula ditentukan melalui persamaan regresi linier  $Y=a+bx$  yang setara dengan  $C/q= 1/kb + C/b$ .

### **3.5 Pengamatan**

Variabel utama yang diamati pada penelitian ini yaitu jerapan fosfor Langmuir (jerapan maksimum P ( $b$ ) dan energi ikatan P ( $k$ ) dan P-tersedia (Bray 1).

Sedangkan variabel pendukung yang diamati adalah pH tanah, Uji-t jerapan maksimum P ( $b$ ) dan energi ikatan P ( $k$ ) dan uji korelasi jerapan maksimum P ( $b$ ) dengan P-tersedia.