

### **III. METODOLOGI PENELITIAN**

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

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Ilmu Tanah Jurusan Agroteknologi Fakultas Pertanian, Universitas Lampung dari bulan April 2014 sampai dengan April 2015.

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

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah botol plastik, gelas ukur, tabung reaksi, ayakan 2 mm, erlenmayer, shaker, timbangan analitik, kertas whatman, sentrifuge, alat tulis, jam, kalender dan alat-alat laboratorium lainnya dalam analisis di laboratorium.

Bahan yang digunakan adalah Tanah Ultisol yang berasal dari kebun percobaan UNILA Kecamatan Natar Kabupaten Lampung Selatan, batuan fosfat yang berasal dari Mesir, bahan organik (kotoran ayam) diambil dari PT. Karisma Protindo Utama (KPU) Kecamatan Katibung Lampung Selatan, dan bahan-bahan kimia untuk analisis P-tersedia (Bray 1, Mehlich, dan Olsen).

### 3.3 Perlakuan

Untuk menjawab pertanyaan dalam perumusan masalah dan untuk menguji hipotesis maka perlakuan diterapkan pada beberapa faktor. Metode yang digunakan penelitian ini adalah metode kinetika dan kesetimbangan.

Jenis bahan yang digunakan (B) yaitu:

T = 500 g Tanah Ultisol (100%)

F = 500 g Batuan fosfat (100%)

TF = 375 g Tanah Ultisol (75%) + 125 g Batuan fosfat (25%)

BO = 500 g Bahan organik (100%)

TFO = 250 g Tanah Ultisol (50%) + 125 g Batuan fosfat (25%) + 125 g Bahan organik (25%)

Jenis larutan pengestrak yang digunakan (L) yaitu:

L<sub>1</sub> = Bray 1

L<sub>2</sub> = Mehlich

L<sub>3</sub> = Olsen

Waktu pelepasan secara kumulatif yang digunakan yaitu:

T = Analisis Kesetimbangan, T1 = 2 hari ekstraksi, T2 = 4 hari ekstraksi, T3 = 8 hari ekstraksi, T4 = 16 hari ekstraksi, T5 = 32 hari ekstraksi, T6 = 64 hari ekstraksi.

### **3.4 Pelaksanaan Penelitian**

#### *3.4.1 Persiapan Penelitian*

Sebelum melakukan penelitian maka harus dipersiapkan bahan penelitian seperti Tanah Ultisol, batuan fosfat, dan bahan organik (kotoran ayam).

#### *3.4.2 Persiapan Sampel Tanah*

Pengambilan sampel tanah dilakukan dengan mengambil tanah pada lapisan kedua (*subsoil*) dengan kedalaman 10 – 20 cm. Sampel tanah dikeringanginkan di Laboratorium Ilmu Tanah, kemudian tanah yang sudah kering ditumbuk dan diayak dengan menggunakan ayakan 0,5 mm. Selanjutnya sampel tanah dimasukkan kedalam toples.

#### *3.4.3 Persiapan Awal Batuan Fosfat*

Persiapan awal batuan fosfat sebelum digunakan pada penelitian ini yaitu pertama batuan fosfat diayak dengan menggunakan ayakan 0,5 mm kemudian batuan fosfat yang lolos ayakan dimasukkan kedalam toples. Selanjutnya dilakukan analisis awal yaitu analisis P-potensial dengan menggunakan HCL 25%.

Langkah-langkah dalam analisis P-potensial yaitu 4 g batuan fosfat dan 20 ml HCl 25% dimasukkan kedalam botol kocok. Selanjutnya ekstrak batuan fosfat dikocok dengan menggunakan shaker selama 6 jam, kemudian disaring dengan menggunakan kertas Whatman. Setelah larutan jernih dilakukan pengenceran sebanyak 25.000 kali dengan cara mengambil 2 ml ekstrak batuan fosfat dimasukkan kedalam labu ukur 1000 ml kemudian tambahkan aquades hingga tanda batas labu ukur. Selanjutnya dari pengenceran tersebut ekstrak batuan fosfat

diambil 2 ml kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan aquades hingga tanda batas labu ukur. Kemudian dari hasil pengenceran ekstrak batuan fosfat tersebut diambil 5 ml dan dimasukkan kedalam tabung reaksi, selanjutnya ditambahkan 10 ml larutan kerja. Larutan standar dengan seri 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2; 2,5. Kemudian sampel dan deret standar diukur transmittannya dengan menggunakan spektrofotometer pada gelombang 720 nm. Dari analisis tersebut didapat hasil analisis awal P-potensial batuan fosfat sebesar 25,87 % (Thom dan Utomo, 1991).

#### *3.4.4 Persiapan Bahan Organik (Kotoran Ayam)*

Sebelum bahan organik (kotoran ayam) digunakan, bahan organik (kotoran ayam) dikeringanginkan. Kemudian setelah kering ditumbuk dengan menggunakan mortar dan diayak dengan menggunakan ayakan 0,5 mm. Hasil analisis P-potensial bahan organik sebesar 3,14 % .

### **3.5 Prosedur Analisis**

#### *3.5.1 Pembuatan Larutan*

##### *3.5.1.1 Pembuatan Larutan Bray and Kurtz*

Prosedur ekstraksi larutan dalam Bray and Kurtz yaitu pertama 3,7 g  $\text{NH}_4\text{F}$  dimasukkan kedalam labu ukur berukuran 100 ml kemudian dilarutkan dengan menambahkan  $\pm 100$  ml aquades. Kedua 4,15 ml HCl dimasukkan kedalam labu ukur berukuran 100 ml kemudian ditambahkan  $\pm 100$  ml aquades. Selanjutnya, dari kedua larutan diambil 30 ml  $\text{NH}_4\text{F}$  1 N dan 50 ml HCL 0,5 N kemudian

dimasukan kedalam labu ukur 1 L dan ditambahkan aquades hingga tanda batas labu ukur (Thom dan Utomo, 1991).

#### *3.5.1.2 Pembuatan Larutan Mehlich*

Prosedur ekstraksi larutan dalam metode Mehlich yaitu pertama memasukkan 4,17 ml HCl 0,05 M kedalam labu ukur 1000 ml. Kedua, tambahkan 1 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,0125 M. Ketiga, tambahkan ±1000 ml aquades hingga garis tanda batas. Keempat, diaduk agar tercampur secara merata dan terbebas gelembung udara, dan dibarkan selama 3 jam (Balai Penelitian Tanah, 2005).

#### *3.5.1.3 Pembuatan Larutan Olsen*

Prosedur ekstraksi larutan dalam metode Olsen yaitu dengan cara melarutkan 42 g NaHCO<sub>3</sub> dengan 800 ml aquades dalam beaker gelas 1 L. Selanjutnya ditetapkan pH awal larutan pengestrak. Apabila pH larutan pengestrak kurang dari 8,5 maka dilakukan penambahan NaOH 50% hingga pH larutan mencapai pH 8,5. Kemudian larutan pengestrak dimasukkan kedalam labu ukur 1 L dan diberi penambahan aquades hingga tanda batas (Balai Penelitian Tanah, 2005).

#### *3.5.1.4 Pembuatan Larutan Kerja*

Langkah-langkah dalam pembuatan larutan kerja dalam penetapan P tersedia yaitu pertama, pembuatan reagen ammonium molibdat ((NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4H<sub>2</sub>O). 6,25 g ammonium molibdat dilarutkan dalam 20 ml aquades kedalam labu ukur 100 ml, kemudian didinginkan secara perlahan. Selanjutnya, 0,145 g antimonyl kalium tartat dilarutkan kedalam larutan ammonium molybdat kemudian dituangkan 75 ml

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat secara perlahan dan dinginkan. Kedua, 10,56 g Kristal asam askorbat dilarutkan kedalam labu ukur 100 ml, kemudian aquades ditambahkan hingga tanda batas (Thom dan Utomo, 1991).

#### 3.5.1.5 Pembuatan Larutan Deret Standar P

Dalam penetapan P tersedia, standar P dibutuhkan untuk dapat memberikan perbandingan terhadap data sampel. Langkah-langkah dalam pembuatan deret standar P 100 mg L<sup>-1</sup> yaitu 0, 10985 g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> ditimbang dan dimasukkan kedalam labu ukur 250 ml, kemudian tambahkan aquades hingga tanda batas. Selanjutnya, 25 ml larutan standar P 100 mg L<sup>-1</sup> diambil dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan aquades hingga tanda batas. Kemudian deret standar P dibuat pada kisaran 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 mg P L<sup>-1</sup> (Thom dan Utomo, 1991).

Table 2. Komposisi pembuatan deret standar P.

Konsentrasi P (mg P L <sup>-1</sup> )	Standar 25 mg P L <sup>-1</sup> (ml)	Volume akhir (ml)
0	0	100
0,5	2	100
1,0	4	100
1,5	6	100
2,0	8	100
2,5	10	100

#### 3.5.2 Penetapan P Tersedia

Langkah-langkah penetapan P tersedia dalam tanah yaitu pertama sampel yang telah diinkubasi, ditimbang masing-masing 1,5 g kemudian dimasukkan kedalam sederetan botol kocok. Selanjutnya 15 ml pengestrak P (Bray, Mehlich, dan Olsen) ditambahkan, dikocok dengan menggunakan shaker selama 30 menit.

Kemudian disentrifuge dengan kecepatan 5000 rpm selama 10 menit, lalu saring dengan menggunakan kertas saring. Padatan dan larutannya dipisahkan untuk penetapan P dengan menggunakan spektrofotometer, padatan diinkubasi kembali dengan larutan pengestrak yg sama hingga mencapai masa inkubasi selanjutnya. Sedangkan 5 ml larutan jernihnya diambil dan dimasukkan kedalam tabung reaksi kemudian ditambahkan 10 ml larutan kerja. Untuk blanko, 5 ml larutan standar diambil dan dimasukkan kedalam tabung reaksi kemudian ditambahkan 10 ml larutan kerja. Pencampuran larutan ditunggu selama 10 – 30 menit hingga warnanya menjadi biru, selanjutnya ukur transmitannya dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 720 nm (Thom dan Utomo, 1991).

### 3.5.3. Analisis Data

Data-data hasil penelitian diinterpretasikan kedalam tabel dan kurva kinetika reaksi. Berikut persamaan kinetika yang menggambarkan laju pelepasan P dari tanah sesuai dengan persamaan kinetika orde satu (Sparks, 1989).

$$- \ln[P]_t = kt - \ln[P]_0$$

Keterangan:

$[P]_0$  = fraksi P pada awal reaksi

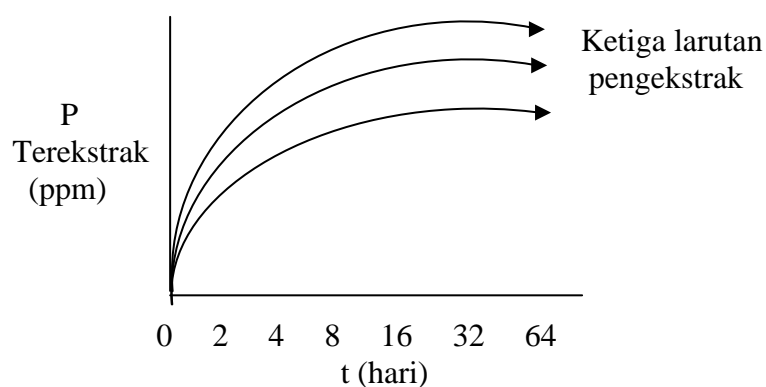
$$[P]_t = \left(1 - \frac{Pt}{P\infty}\right)$$

$P_t$  = konsentrasi P terekstrak pada waktu (t)

$P_\infty$  = konsentrasi P terekstrak pada waktu (t) tak terhingga atau sama dengan maksimum P pada koloid tanah

### 3.5.3.1 Fosfat Terekstrak sebagai Fungsi Waktu

Sebelum ditentukan kurva kinetika reaksi, langkah pertama dalam menganalisis data yaitu menentukan kurva fosfat yang lepas dari koloid tanah. Gambar 2 menunjukkan bahwa kumulatif P yang lepas dari koloid tanah yang semakin tinggi hingga mencapai maksimum. Semakin tinggi nilai kumulatif P yang ditunjukkan maka pengekstrakan P yang melepaskan fosfat dari koloid tanah semakin efektif.

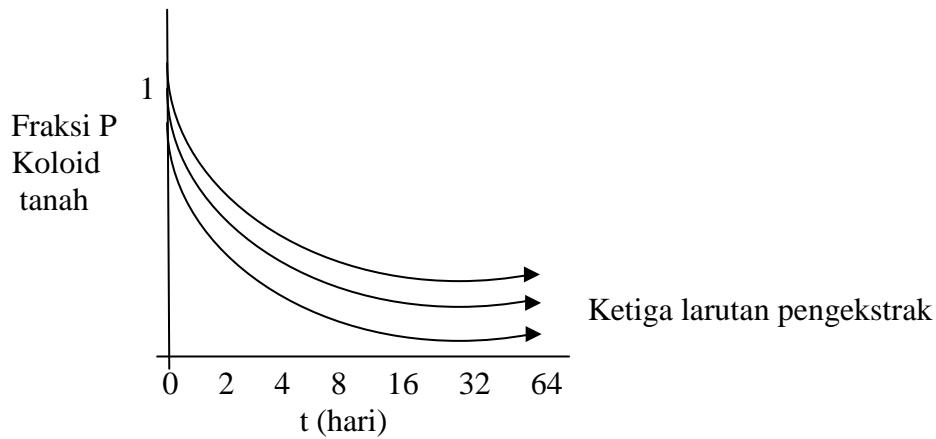


Gambar 2. Hubungan kumulatif P terekstrak (ppm) dengan lamanya ekstraksi

### 3.5.3.2 Fraksi Fosfat Tertinggal pada Koloid Tanah

Langkah kedua dalam menentukan kurva kinetika reaksi yaitu menentukan kurva fraksi fosfat yang tertinggal pada koloid tanah. Gambar 3 menunjukkan bahwa fraksi fosfat yang tertinggal pada koloid tanah yang semakin rendah hingga mencapai minimum. Data ini digunakan untuk membuat kurva berorde 1.

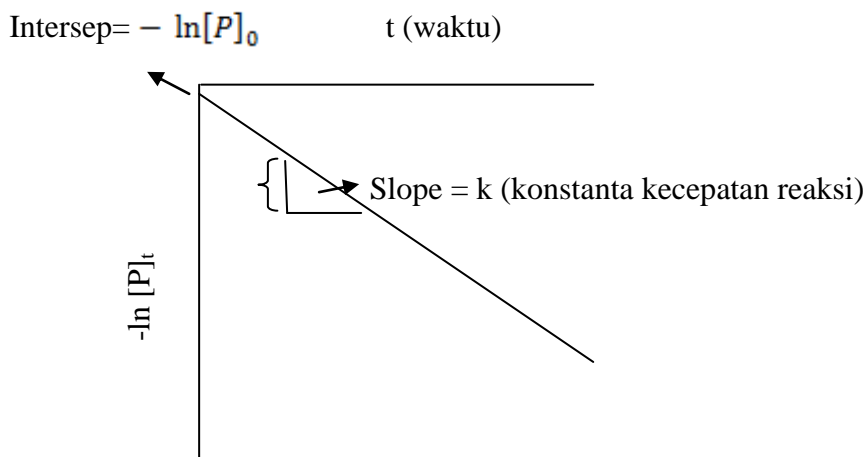




Gambar 3. Hubungan antara fraksi P yang tertinggal pada koloid tanah dengan lamanya inkubasi.

### 3.5.3.3 Kinetika Fosfat Terekstrak Berdasarkan Orde 1

Kurva kinetika reaksi ditentukan dengan cara membandingkan  $\ln [P]_t$  terhadap  $t$  (hari). Semakin rendah  $\ln [P]_t$  pada suatu bahan pengestrak tertentu maka semakin efektif dalam mengeskrak P berdasarkan  $t$  (hari) (Gambar 4).



Gambar 4. Hubungan antara  $[P]_t$  terhadap waktu ( $t$ ) menurut hukum kinetika berorde 1