

BAB II METODA PENELITIAN

3.1. Alat-alat dan Bahan

3.1.1. Alat

Alat-alat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah : Spektrofotometer 20 D (Milton dan Roy Co, England), Flame Fotometer Corning 400, Neraca Analitik (Mettler tipe AE 200), Oven Gallenkamp, Furnace (Gallenkamp muffle furnace), pH meter Orion 210 A, Seperangkat alat destilasi, Penangas air dan peralatan gelas lainnya (Pyrex Company) yang biasa digunakan dilaboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Biokimia.

3.1.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah Asam sulfat pekat (H_2SO_4), Asam sulfat berasap (fuming H_2SO_4), Natrium hidroksida (NaOH), Kalium nitrat (KNO_3), Ammonium hidroksida (NH_4OH), Asam askorbat, Ammonia pekat, Ammonium molibdat ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$), Kalium sulfat (K_2SO_4), Selenium (Se), Asam boraks (HBO_3), Natrium boraks ($Na_2B_4O_7$), Asam nitrat (HNO_3), Indikator campuran metilen red-bromocresol green, Kalium klorida (KCl), Natrium bikarbonat ($NaHCO_3$), Kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4), Kalium bikromat ($K_2Cr_2O_7$), sukrosa ($C_{12}(H_2O)_{11}$), Barium klorida ($BaCl_2$), Kalium antimonil tartarat ($KSbOC_4H_4O_6 \cdot \frac{1}{2} H_2O$), Kristal fenol, air suling, sekam padi, serbuk gergaji, dedak padi, kotoran sapi, kotoran ayam dan larutan EM4 aktif.

3.2. Rancangan tahapan kerja

3.2.1. Persiapan bahan dasar pupuk

Bahan-bahan organik (dedak padi, sekam padi, serbuk gergaji) dan kotoran ternak, larutan EM diambil di areal lahan percontohan dari kelompok mahasiswa penelitian dan pengembangan Bokashi-EM (KOMPPPOS – EM).

3.2.2. Peremajaan EM4 Aktif

- Disiapkan gula merah 1 kg dan ditambahkan 500 ml air dan dimasak sampai larut.
- Disiapkan air sekitar 1500 ml dalam botol plastik
- Ditambahkan 20 ml EM4 dan 20 ml larutan gula merah
- Kemudian ditambahkan air hingga volume larutan menjadi 2000 ml
- Tutup botol dengan rapat
- Biarkan 4 x 24 jam
- EM4 aktif siap dipakai, ditandai tidak adanya gas, berbau sedap dan khas.

3.2.3. Perlakuan bahan dasar pupuk pada pengomposan

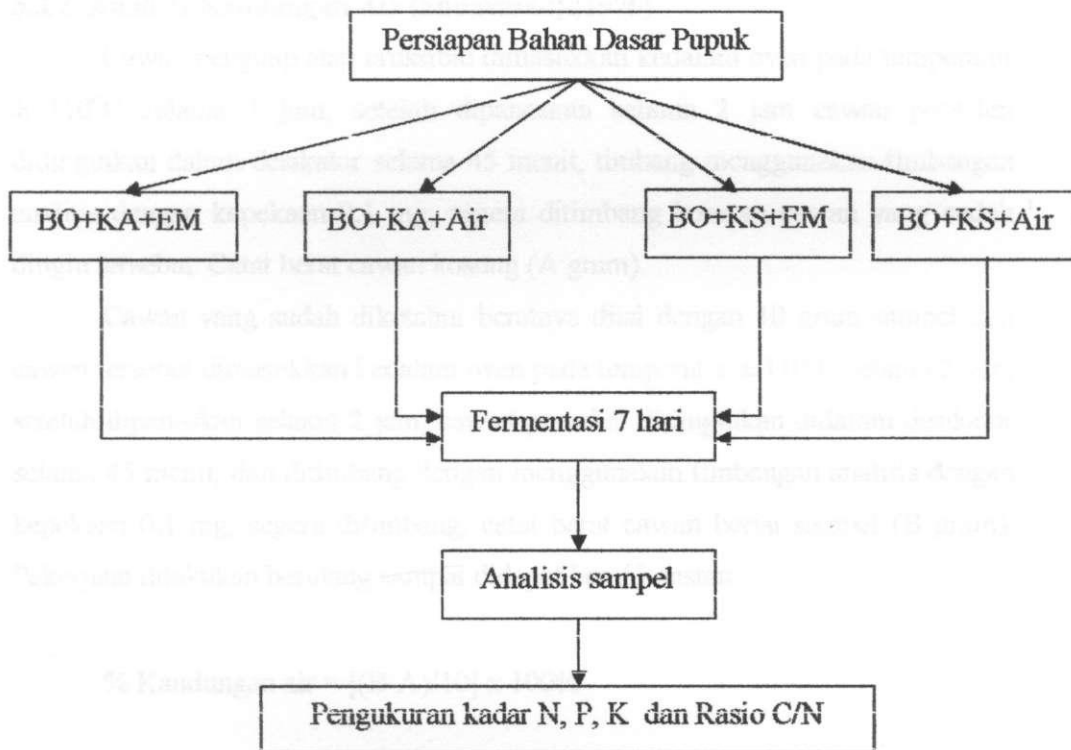
Semua bahan organik dan kotoran ternak dicampur secara homogen (1:1:1/2) dibagi empat bagian perlakuan yaitu:

1. Bahan organik (dedak padi, sekam padi, serbuk gergaji) sebanyak masing – masing 1 kilogram ditambah kotoran sapi 3 kilogram dan larutan EM₄ aktif 1,5 liter
2. Bahan organik (dedak padi, sekam padi, serbuk gergaji) sebanyak masing – masing 1 kilogram ditambah kotoran sapi 3 kilogram dan air sumur 1,5 liter
3. Bahan organik (dedak padi, sekam padi, serbuk gergaji) sebanyak masing – masing 1 kilogram ditambah kotoran ayam 3 kilogram dan larutan EM₄ aktif 1,5 liter
4. Bahan organik (dedak padi, sekam padi, serbuk gergaji) sebanyak masing – masing 1 kilogram ditambah kotoran ayam 3 kilogram dan air sumur 1,5 liter.

Pengomposan dilakukan 7 hari yang ditempatkan diatas karung goni dan ditutup dengan terpal di Saung KOMPPPOS – EM, fermentasi berlangsung ditandai dengan naiknya suhu sekitar 40 – 45 °C.

3.2.4. Pengambilan Sampel

Sampel diambil pada fermentasi hari ketujuh, untuk dilakukan uji kandungan unsur N, P, K dan rasio C/N. Masing-masing sampel diambil sebanyak 300 gram, dimasukkan kedalam wadah plastik ukuran 250 gram, diikat dengan karet gelang dan diberi label. Sampel dibawa ke laboratorium kimia analitik, laboratorium biokimia untuk dianalisis. Gambar lengkapnya dapat dilihat pada rancangan penelitian dibawah ini.



Gambar 6. Skema Perlakuan Sampel

Keterangan :

BO – Bahan Organik (dedak, sekam padi, serbuk gergaji)

KS = Kotoran Sapi

KA = Kotoran Ayam

3.3. Analisis Sampel

3.3.1. Analisis pH (Menon, 1979)

Ditimbang 10 gram sampel kering angin, dimasukkan kedalam gelas piala ukuran 250 ml, ditambahkan 100 ml akuades kedalam gelas piala, campuran sampel dan air dalam gelas piala diaduk selama 30 menit dan dibiarkan semalam kemudian larutan dalam gelas piala diukur nilai pH dengan menggunakan pH meter yang sudah dikalibrasi.

3.3.2. Analisis Kandungan Air (Sudarmadji, 1976)

Cawan penguap atau crucible dimasukkan kedalam oven pada temperatur $\pm 110^{\circ}\text{C}$ selama 2 jam, setelah dipanaskan selama 2 jam cawan porselen didinginkan dalam desikator selama 45 menit, timbang menggunakan timbangan analitis dengan kepekaan 0,1 mg, segera ditimbang konstan cawan yang sudah dingin tersebut. Catat berat cawan kosong (A gram).

Cawan yang sudah diketahui beratnya diisi dengan 10 gram sampel dan cawan tersebut dimasukkan kedalam oven pada temperatur $\pm 110^{\circ}\text{C}$ selama 2 jam, setelah dipanaskan selama 2 jam, cawan porselen didinginkan didalam desikator selama 45 menit, dan ditimbang dengan menggunakan timbangan analitis dengan kepekaan 0,1 mg, segera ditimbang, catat berat cawan berisi sampel (B gram). Pekerjaan dilakukan berulang sampai didapat berat konstan.

$$\% \text{Kandungan air} = [(B-A)/10] \times 100\%$$

3.3.3. Penentuan Nitrogen - nitrat (Sudjadi, 1971)

3.3.3.1. Ekstraksi Sampel

50 gram sampel kering angin ditimbang dan dimasukkan kedalam gelas piala 500 ml, ditambahkan 250 ml akuades, diaduk selama 15 menit, jika keruh ditambahkan karbon aktif secukupnya dan diaduk, kemudian disaring lagi hingga jernih dan tak berwarna, dan hasil saringan digunakan untuk analisis sampel nitrat.

3.3.3.2. Penentuan Panjang Gelombang Optimum

Larutan standar N-nitrat 2 ppm dimasukkan kedalam cawan porselen, diuap keringkan pada suhu tidak lebih dari 70 °C, setelah volumenya tinggal setengah ditambahkan 0,5 ml asam fenol disulfonat dan digoyang supaya merata, ditambahkan 5 ml akuades, 1,75 ml NH₄OH 25 % lalu diencerkan dengan akuades sampai 25 ml dalam labu ukur, kemudian larutan standar N-nitrat dengan konsentrasi 2 ppm dimasukkan kedalam kuvet, nilai absorbansi diukur pada panjang gelombang antara 390 – 430 nm dengan alat spektronik 20D, dengan absorbansi maksimum dianggap sebagai panjang gelombang optimum.

3.3.3.3. Penentuan Kestabilan Warna

Sebanyak 5 ml larutan standar N-nitrat dengan konsentrasi 10 ppm diambil untuk memperoleh larutan standar nitrat 2 ppm, larutan standar N-nitrat dimasukkan kedalam cawan porselen, diuap keringkan pada suhu tidak lebih dari 70°C, setelah volumenya tinggal setengah ditambahkan 0,5 ml asam fenol disulfonat dan digoyang supaya merata, ditambahkan akuades sebanyak 5 ml, NH₄OH 25 % 1,75 ml, lalu diencerkan dengan akuades sampai 25 ml dalam labu ukur. Larutan standar N-nitrat konsentrasi 2 ppm dimasukkan kedalam kuvet, nilai absorbansi diukur pada panjang gelombang 405 nm setiap interval waktu 5 menit selama satu jam. Interval kestabilan warna diperoleh berdasarkan nilai absorbansi stabil.

3.3.3.4. Pembuatan Kurva Standar

Larutan standar N-nitrat 10 ppm dipipet sebanyak 0.25; 1.25; 5; 10 dan 15 ml, dan dimasukkan kedalam cawan porselen, diuap keringkan pada suhu tidak lebih dari 70°C, setelah volumenya tinggal setengah ditambahkan 0,5 ml asam fenol disulfonat dan digoyang supaya merata, ditambahkan sebanyak 5 ml akuades, 1,75 ml NH₄OH 25 %, lalu diencerkan dengan akuades sampai 25 ml dalam labu ukur dan dibiarkan selama 15 menit, nilai absorbansi diukur pada panjang gelombang 405 nm dengan spektronik 20D, dan dibuat kurva kalibrasi standar antara konsentrasi dengan serapannya.

3.3.3.5. Pengukuran larutan sampel

Sampel yang telah diekstrak dipipet sebanyak 5 ml dan dimasukkan kedalam cawan porselen, sampel diuap keringkan pada suhu tidak lebih dari 70°C, setelah volumenya tinggal setengah ditambahkan asam fenol disulfonat sebanyak 0,5 ml dan digoyang supaya merata. NH_4OH 25 % ditambahkan sebanyak 1,75 ml lalu diencerkan dengan akuades sampai 25 ml dalam labu ukur, untuk blanko digunakan akuades, nilai absorbansi diukur pada panjang gelombang 405 nm dengan menggunakan spektrometri 20D dan dilakukan pengukuran tiga kali.

3.3.4. Penentuan P-ortofosfat (Sudjadi, 1971)

3.3.4.1. Ekstraksi Sampel

Sampel kering ditimbang sebanyak 2,5 gram dan dimasukkan kedalam gelas piala berukuran 250 ml, larutan NaHCO_3 0,5 N pH 8,5 ditambahkan sebanyak 50 ml, diaduk selama 30 menit, sampel disaring dengan kertas saring, ditampung dalam erlemeyer 100 ml, apabila berwarna ditambahkan karbon aktif dan setelah itu disaring lagi hingga jernih, dan pengerjaan ekstraksi sampel dilakukan pengulangan tiga kali.

3.3.4.2. Penentuan Waktu Kestabilan Warna

Larutan standar fosfat 10 ppm dipipet sebanyak 12,5 ml untuk memperoleh larutan standar 5 ppm dimasukkan ke labu ukur 25 ml. Reagen pereaksi campuran fosfat ditambahkan sebanyak 5 ml, diencerkan hingga tanda batas, diaduk, hal yang sama dilakukan untuk blanko, kemudian larutan standar fosfat 5 ppm dimasukkan kedalam kuvet, nilai absorbansi diukur pada panjang gelombang 695 nm setiap interval waktu 5 menit selama satu jam, interval kestabilan warna ditentukan berdasarkan absorbansi paling stabil.

3.3.4.3. Penentuan Panjang Gelombang Optimum

Penentuan panjang gelombang optimum dilakukan dengan cara memipet 12,5 ml larutan standar fosfat 10 ppm untuk memperoleh larutan standar 5 ppm dan dimasukkan ke labu ukur 25 ml, reagen pereaksi campuran fosfat ditambahkan sebanyak 5 ml, diencerkan dengan air suling sampai tanda batas,

diaduk dan dibiarkan proses reaksi berlangsung selama 35 menit. Dilakukan hal yang sama untuk blanko, nilai absorbansi diukur pada panjang gelombang antara 665 - 710 nm dengan menggunakan spektrometri UV-Vis, dengan absorbansi maksimum dianggap sebagai panjang gelombang optimum.

3.3.4.4. Pembuatan Kurva Standar

Pembuatan kurva kalibrasi standar dilakukan dengan cara memipet 1,25; 2,5; 5; 7,5; 10; dan 12,5 ml larutan standar fosfat 10 ppm dan dimasukkan dalam labu ukur 25 ml. Reagen pereaksi campuran fosfat ditambahkan sebanyak 5 ml, larutan standar tersebut diencerkan dengan air suling sampai tanda batas, diaduk dan dibiarkan proses reaksi berlangsung selama 35 menit, hal yang sama dilakukan untuk blanko, nilai absorbansi diukur pada panjang gelombang 695 nm, dan dibuat kurva kalibrasi standar antara konsentrasi dengan absorbansi diperoleh.

3.3.4.5. Pengukuran Scrapan Larutan Sampel

Sampel yang telah diekstraksi dipipet sebanyak 5 ml dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 ml, reagen pereaksi campuran fosfat ditambahkan sebanyak 5 ml, sampel diencerkan dengan air suling sampai tanda batas, diaduk dan dibiarkan proses reaksi berlangsung selama 35 menit, nilai absorbansi diukur pada panjang gelombang 695 nm. Kadar fosfat ditentukan pada larutan sampel tersebut, dan masing – masing sampel dianalisis dengan tiga kali pengulangan.

3.3.5. Penentuan Kandungan Kalium

3.3.5.1. Ekstraksi Sampel

Sampel ditimbang sebanyak 2,5 gram, dimasukkan ke dalam gelas piala berukuran 250 ml, larutan NaHCO_3 0,5 N pH 8,5 ditambahkan sebanyak 50 ml, diaduk selama 30 menit, sampel disaring dengan kertas saring, ditampung dalam erlenmeyer 100 ml, apabila berwarna ditambahkan karbon aktif dan setelah itu disaring lagi hingga jernih. Pengerjaan ekstraksi sampel dilakukan pengulangan tiga kali.

3.3.5.2. Pembuatan Kurva Standar Kalium

Larutan standar kalium dibuat dengan cara melarutkan 1,9067 gram KCl dilarutkan dengan NaHCO_3 0,1 N pH 8,5 kemudian diencerkan hingga 1 liter pada labu takar (1000 ppm). Kurva kalibrasi standar dibuat dengan cara mengukur emisi masing-masing larutan standar yang sudah di encerkan secara tepat pada konsentrasi 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm dengan flame fotometer yang menggunakan filter K.

3.3.5.3. Pengukuran Emisi Larutan Sampel

5 ml ekstrak sampel dipipet, dimasukkan kedalam labu ukur 10 ml lalu ditambahkan 5 ml akuades dan dikocok, nilai emisinya diukur dengan flame fotometer, kadar kalium dihitung melalui hasil kurva kalibrasi standar, dan dilakukan pengulangan tiga kali terhadap masing – masing sampel.

3.3.6. Penentuan Kadar Karbon Organik

3.3.6.1. Pengukuran Panjang Gelombang Optimum

Penentuan panjang gelombang optimum dilakukan dengan cara memipet 15 ml larutan standar karbon (sukrosa 50 mg/ml), lalu diencerkan hingga tanda batas pada labu takar 100 ml dengan akuades (konsentrasi 7,5 mg/ml). Larutan standar karbon 7,5 mg/ml dipipet 2 ml dan masukkan ke erlenmeyer 250 ml dan untuk blanko digunakan akuades. ditambahkan 10 ml $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1 N dan 20 ml H_2SO_4 pekat dengan hati-hati. Selanjutnya larutan tersebut dikocok dan dibiarkan selama 30 menit. Larutan BaCl_2 0,5 % ditambahkan 100 ml untuk mendapatkan larutan yang jernih dan biarkan semalam. Pengukuran serapan dilakukan pada panjang gelombang 520-580 nm dengan interval 5 menit.

3.3.6.2. Pengukuran Absorbansi Larutan Standar Karbon

Pembuatan kurva kalibrasi standar dilakukan dengan cara memipet 5, 10, 15, 20 dan 25 ml larutan standar karbon 50 mg/ml, lalu diencerkan hingga tanda batas pada labu takar 100 ml dengan akuades (konsentrasi 2,5; 5,0; 7,5; 10 dan 12,5 mg/ml). Larutan standar Karbon masing-masing dipipet 2 ml dan masukkan

ke erlenmeyer 250 ml, ditambahkan 10 ml $K_2Cr_2O_7$ 1 N dan 20 ml H_2SO_4 pekat dengan hati-hati. Selanjutnya larutan tersebut dikocok dan biarkan selama 30 menit. Larutan $BaCl_2$ 0,5 % ditambahkan 100 ml untuk mendapatkan larutan yang jernih dan biarkan semalam. Pengukuran serapan dilakukan pada panjang gelombang optimum. Kemudian dibuat kurva kalibrasi standar karbon.

3.3.6.3. Pengukuran Absorbansi Larutan Sampel

Pengukuran serapan larutan sampel dilakukan dengan cara mengoksidasi 0,5 gram sampel yang ditempatkan pada erlenmeyer. Larutan $K_2Cr_2O_7$ 1 N ditambahkan 10 ml dan 20 ml H_2SO_4 pekat dengan hati-hati. Selanjutnya larutan tersebut dikocok dan biarkan selama 30 menit. Larutan $BaCl_2$ 0,5 % ditambahkan 100 ml untuk mendapatkan larutan yang jernih dan biarkan semalam. Pengukuran serapan dilakukan pada panjang gelombang optimum dan kadar karbon dihitung dengan membandingkan serapan sampel dan standar menggunakan kurva kalibrasi standar.

3.3.7. Penentuan Kadar Nitrogen (N) total

3.3.7.1. Destruksi

Masing – masing sampel yang telah dihaluskan dan kering air diambil 1 gram dan dimasukkan kedalam labu Kjeldahl, untuk mempermudah destruksi sampel maka ditambahkan 1 gram katalis campuran (campuran serbuk $CuSO_4$, K_2SO_4 dan Se) dan 10 ml H_2SO_4 pekat sambil diaduk perlahan agar larutan homogen. Kemudian larutan tersebut dipanaskan dengan pemanasan rendah, dan dilanjutkan dengan panas yang lebih tinggi hingga warna larutan kebiru-biruan atau jernih.

3.3.7.2. Destilasi

Larutan hasil destruksi yang telah dingin diencerkan dengan 50 ml akuades dan dipindahkan ke labu destilasi. Untuk mempermudah pemisahan amoniak dari larutan sampel maka ditambahkan $NaOH$ 40 % hingga larutan bersifat basa. Penambahan beberapa batu didih dilakukan untuk menghindari terjadinya bumping pada saat destilasi berlangsung. Destilat ditampung dengan

erlenmeyer yang berisi 5 ml larutan asam borat 4 % dan beberapa tetes indikator campuran (campuran bromocresol green dan methyl red). Destilat diakhiri jika volume destilat mencapai 50 ml.

3.3.7.3. Titrasi.

Destilat selanjutnya dititrasi dengan H_2SO_4 0,05 N dan dihentikan jika terjadi perubahan warna dari biru menjadi merah muda, kemudian ditentukan volume H_2SO_4 yang terpakai, sedangkan untuk blanko digunakan akuades. Kadar nitrogen total dalam sampel ditentukan dengan menggunakan persamaan berikut :

$$\% = \frac{(ml H_2SO_4 \text{ sampel} - ml H_2SO_4 \text{ blanko}) \times N H_2SO_4 \times 0.014 \times 100 \%}{Berat Sampel}$$

3.4. Analisis Data

Data yang diperoleh dari hasil pengukuran akan dianalisis dengan metoda statistik berupa tabel dan grafik dan dilanjutkan uji ANOVA dengan test Duncan. Analisa statistik ini berguna untuk mengetahui ada atau tidaknya perbedaan secara signifikan ke empat perlakuan pada kompos setelah fermentasi 7 hari.

