

LAMPIRAN

1. Analisis Kadar N-total dengan Metode Kjeldahl

a. Destruksi Basah

Mula-mula sampel pupuk ditimbang, kemudian dimasukkan ke dalam labu destruksi (digestor) dan ditambahkan selenium sebagai katalis. Selanjutnya, ditambahkan asam sulfat (H_2SO_4) pekat yang bertindak sebagai pengoksidasi kuat lalu didestruksi selama ± 3 jam pada suhu 350°C . Kesempurnaan metode ini adalah didapatkannya larutan bening yang dihasilkan dari proses destruksi. Setelah proses destruksi, sampel dibiarkan selama 24 jam agar mengendap.

b. Destilasi Uap

Hal yang perlu dilakukan pada tahap ini yaitu dengan mengencerkan campuran digesi menggunakan aquades dengan bantuan vortex. Kemudian, dibasahi dengan penambahan NaOH 40% untuk membuat larutan menjadi bersifat basa kuat. Selanjutnya labu dihubungkan dengan kondensor sebelum pemanasan dan proses destilasi dilakukan. Pada tahap ini digunakan penampung destilat berupa asam borat 1% dengan tiga tetes indikator Conway. Asam borat dapat mengikat ammonia dengan sempurna sehingga waktu titrasi titik akhirnya menjadi tajam. Ditambahkannya reagen Conway digunakan sebagai indikator titrasi yang ditandai dengan warna hijau. Selama proses destilasi sistem dipastikan dalam keadaan tertutup serta tidak ada uap yang keluar karena NH_3 yang terbentuk dapat menguap.

c. Titrasi

Tahap terakhir adalah proses titrasi pada destilat hasil dari destilasi uap. Tahap titrasi ini dilakukan untuk mengetahui jumlah amoniak dalam larutan sampel. Larutan baku yang digunakan pada tahap ini adalah H_2SO_4 0,05N. Kemudian, pada titik ekuivalen ditandai dengan berubahnya warna hijau menjadi merah muda, yaitu berkisar pada rentang pH Conway 4-7. Pada tahap ini, diperoleh hasil volume titrasi yang akan digunakan untuk menentukan kadar N-total pada pupuk organik.

Perhitungan :

$$\%N = \frac{(Vc-Vb) \times N \times 14 \times 100}{\text{berat sampel (mg)} \times FK}$$

2. Analisis Kadar P-total dengan Metode Spektrofotometri

a. Pembuatan Kurva Standar (ppm)

Pembuatan kurva standar P-total adalah menggunakan larutan fosfat (PO_4) 1000 ppm sebagai acuan untuk menentukan konsentrasi fosfat dalam sampel. Kurva standar yang digunakan memiliki variasi konsentrasi yang berbeda, yaitu 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ppm. Pembuatan kurva standar ini menggunakan ekstrak Olsen sebagai pelarutnya.

b. Penentuan Kadar P-total

Analisis kadar P-total ini harus melalui tahap destruksi basah dengan HNO_3 dan HClO_4 . Fungsi HNO_3 dan HClO_4 adalah sebagai pelarut. Penambahan asam kuat digunakan untuk mempercepat terjadinya oksidasi serta digunakan untuk menurunkan suhu pada saat proses destruksi. Selanjutnya didiamkan hingga dingin kemudian diencerkan dengan aquades dan dikocok menggunakan vortek lalu didiamkan selama semalaman. Setelah 24 jam ekstrak di saring dengan kertas saring, agar tidak ada partikel-partikel kecil yang terbawa di dalam ekstrak(jernih) dan disebut dengan ekstrak A. setelah ekstrak A diperoleh, ekstrak A dipipet sebanyak 1mL ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan aquades sebanyak 9 mL. kemudian di kocok hingga homogen menggunakan vortex. Ekstrak ini adalah hasil pengenceran 10x dan hasilnya disebut dengan ekstrak B. langkah selanjutnya adalah ekstrak B dipipet sebanyak 1 mL kedalam tabung reaksi dan ditambahkan pembangkit warna P sebanyak 9 mL kemudian dikocok hingga homogeny menggunakan vortex. Untuk deret standar / kurva standar dipipet 1 mL ke dalam tabung reaksi lalu ditambahkan pewarna P kemudian dikocok menggunakan vortex hingga homogen. Masing-masing ekstrak B dan kurva standar yang sudah diberi pewarna pembangkit P dibiarkan selama ± 25 menit, lalu langkah terakhir adalah diukur menggunakan

spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 889 nm kemudian hasil yang di dapat dicatat.

Perhitungan :

$$\%P = \text{ppm kurva} \times \frac{\text{ml ekstrak}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{100}{\text{mg sampel}} \times \text{FP} \times \text{FK}$$

3. Analisis Kadar K-total dengan Metode Flame Fotometri

a. Pembuatan Kurva Standar (ppm)

Pembuatan kurva standar K-total ini digunakan sebagai acuan untuk menentukan konsentrasi kalium di dalam sampel. Larutan yang digunakan sebagai deret standar adalah larutan K 1000 ppm yang diencerkan menjadi 200 ppm. Konsentrasi dibuat bervariasi yaitu 0; 2; 4; 6; 8; 12; 16; dan 20 ppm dari larutan 200 ppm. Kemudian kurva standar tersebut di ukur emisinya menggunakan flame fotometri.

b. Penentuan Kadar K-total

Analisis kadar K-total dalam penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode flame fotometri. Langkah adalah yang pertama menimbang sampel pupuk lalu dimasukkan ke labu digestion. Menambahkan 5 mL larutan HNO_3 dan 0,5 mL larutan HClO_4 yang kemudian di kocok menggunakan vortex lalu didestruksi basah. Selanjutnya didiamkan hingga dingin kemudian diencerkan dengan aquades dan dikocok menggunakan vortex lalu didiamkan selama semalaman. Pagi harinya ekstrak di saring dengan kertas saring, agar tidak ada partikel-partikel kecil yang terbawa di dalam ekstrak(jernih) dan disebut dengan ekstrak A. setelah ekstrak A diperoleh, ekstrak A dipipet sebanyak 1mL ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan aquades sebanyak 9 mL. kemudian di kocok hingga homogen menggunakan vortex. Ekstrak ini adalah hasil pengenceran 10x dan hasilnya disebut dengan ekstrak B. Kemudian ekstrak B ini diukur dengan menggunakan flame fotometri.

Perhitungan :

$$\%K = \text{ppm kurva} \times \frac{\text{ml ekstrak}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{100}{\text{mg sampel}} \times \text{FP} \times \text{FK}$$

4. Analisis Kadar C-Organik dengan Metode UV-Vis

Sampel diambil sebanyak 1 ml dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. kemudian ditambahkan larutan K₂CrO₇ 1N dan larutan H₂SO₄ pekat. Setelah itu sampel didiamkan selama 30 menit dengan melakukan pengocokan setiap 15 menit. Kemudian sampel ditambahkan aquades dan didiamkan kembali selama satu malam. Perhitungan :

$$\%C = \text{ppm kurva} \times \frac{\text{ml ekstrak}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{100}{\text{mg sampel}}$$

5. Analisis pH dan Suhu

pengukuran pH dan suhu ini menggunakan thermometer dan pH meter dengan cara mengambil sebanyak 30 – 50 ml sampel POC kemudian dikocok menggunakan shaker selama ± 30 menit lalu dianalisis

6. Hasil Anova pH

a. Minggu ke-2

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	64.65606	5.8778	14901.52	**	2.22	3.09
M	2	62.86642	31.4332	79689.83	**	3.40	5.61
D	3	1.339878	0.4466	1132.29	**	3.01	4.72
M x D	6	0.449756	0.0750	190.04	**	2.51	3.67
Galat	24	0.009467	0.0004				
Total	35	64.66552					

b. Minggu ke-4

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	60.25722	5.4779	2697.75	**	2.22	3.09
M	2	59.22362	29.6118	14583.11	**	3.40	5.61
D	3	0.529	0.1763	86.84	**	3.01	4.72
M x D	6	0.5046	0.0841	41.42	**	2.51	3.67
Galat	24	0.048733	0.0020				
Total	35	60.30596					

c. Minggu ke-6

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	66.63443	6.0577	8829.00	**	2.22	3.09
M	2	65.36884	32.6844	47637.21	**	3.40	5.61
D	3	0.580031	0.1933	281.80	**	3.01	4.72
M x D	6	0.685561	0.1143	166.53	**	2.51	3.67
Galat	24	0.016467	0.0007				
Total	35	66.6509					

7. Hasil Anova EC

a. Minggu ke-2

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	189.6989	17.2454	341.12	**	2.22	3.09
M	2	165.3089	82.6544	1634.92	**	3.40	5.61
D	3	17.87222	5.9574	117.84	**	3.01	4.72
M x D	6	6.517778	1.0863	21.49	**	2.51	3.67
Galat	24	1.213333	0.0506				
Total	35	190.9122					

b. Minggu ke-4

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	240,2822	21,8438	346,42	**	2,22	3,09
M	2	208,9539	104,4769	1656,90	**	3,40	5,61
D	3	19,11778	6,3726	101,06	**	3,01	4,72
M x D	6	12,21056	2,0351	32,27	**	2,51	3,67
Galat	24	1,513333	0,0631				
Total	35	241,7956					

c. Minggu ke-6

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	229,6364	20,8760	481,75	**	2,22	3,09
M	2	205,0539	102,5269	2366,01	**	3,40	5,61
D	3	16,07417	5,3581	123,65	**	3,01	4,72
M x D	6	8,508333	1,4181	32,72	**	2,51	3,67
Galat	24	1,04	0,0433				
Total	35	230,6764					

8. Hasil Anova C-organik

a. Minggu ke-2

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	892,482	81,1347	377,52	**	2,22	3,09
M	2	858,8273	429,4137	1998,05	**	3,40	5,61
D	3	14,58974	4,8632	22,63	**	3,01	4,72
M x D	6	19,06491	3,1775	14,78	**	2,51	3,67
Galat	24	5,158	0,2149				
Total	35	897,64					

b. Minggu ke-4

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	729,2484	66,2953	419,30	**	2,22	3,09
M	2	680,2715	340,1358	2151,25	**	3,40	5,61
D	3	17,96069	5,9869	37,87	**	3,01	4,72
M x D	6	31,01619	5,1694	32,69	**	2,51	3,67
Galat	24	3,794667	0,1581				
Total	35	733,0431					

c. Minggu ke-6

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	568,1444	51,6495	275,38	**	2,22	3,09
M	2	520,7827	260,3913	1388,32	**	3,40	5,61
D	3	9,4706	3,1569	16,83	**	3,01	4,72
M x D	6	37,89115	6,3152	33,67	**	2,51	3,67
Galat	24	4,5014	0,1876				
Total	35	572,6458					

9. Hasil Anova N-total

a. Minggu ke-2

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	0.208989	0.0190	122.14	**	2.22	3.09
M	2	0.037372	0.0187	120.12	**	3.40	5.61
D	3	0.047656	0.0159	102.12	**	3.01	4.72
M x D	6	0.123961	0.0207	132.82	**	2.51	3.67
Galat	24	0.003733	0.0002				
Total	35	0.212722					

b. Minggu ke-4

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	0.150631	0.0137	20.46	**	2.22	3.09
M	2	0.022906	0.0115	17.11	**	3.40	5.61
D	3	0.016742	0.0056	8.34	**	3.01	4.72
M x D	6	0.110983	0.0185	27.63	**	2.51	3.67
Galat	24	0.016067	0.0007				
Total	35	0.166697					

c. Minggu ke-6

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	0.165033	0.0150	245.50	**	2.22	3.09
M	2	0.03125	0.0156	255.68	**	3.40	5.61
D	3	0.012233	0.0041	66.73	**	3.01	4.72
M x D	6	0.12155	0.0203	331.50	**	2.51	3.67
Galat	24	0.001467	0.0001				
Total	35	0.1665					

10. Hasil Anova P-total

a. Minggu ke-2

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	4.310733	0.3919	2105.65	**	2.22	3.09
M	2	0.657017	0.3285	1765.12	**	3.40	5.61
D	3	0.334022	0.1113	598.25	**	3.01	4.72
M x D	6	3.319694	0.5533	2972.86	**	2.51	3.67
Galat	24	0.004467	0.0002				
Total	35	4.3152					

b. Minggu ke-4

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	10.14343	0.9221	2495.99	**	2.22	3.09
M	2	2.782539	1.3913	3765.84	**	3.40	5.61
D	3	4.720564	1.5735	4259.16	**	3.01	4.72
M x D	6	2.640328	0.4401	1191.13	**	2.51	3.67
Galat	24	0.008867	0.0004				
Total	35	10.1523					

c. Minggu ke-6

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	9.044964	0.8223	5286.02	**	2.22	3.09
M	2	4.255139	2.1276	13677.23	**	3.40	5.61
D	3	1.123786	0.3746	2408.11	**	3.01	4.72
M x D	6	3.666039	0.6110	3927.90	**	2.51	3.67
Galat	24	0.003733	0.0002				
Total	35	9.048697					

11. Hasil Anova K-total

a. Minggu ke-2

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	0.346456	0.0315	251.97	**	2.22	3.09
M	2	0.096289	0.0481	385.16	**	3.40	5.61
D	3	0.028456	0.0095	75.88	**	3.01	4.72
M x D	6	0.221711	0.0370	295.61	**	2.51	3.67
Galat	24	0.003	0.0001				
Total	35	0.349456					

b. Minggu ke-4

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	0.402497	0.0366	199.59	**	2.22	3.09
M	2	0.045906	0.0230	125.20	**	3.40	5.61
D	3	0.219297	0.0731	398.72	**	3.01	4.72
M x D	6	0.137294	0.0229	124.81	**	2.51	3.67
Galat	24	0.0044	0.0002				
Total	35	0.406897					

c. Minggu ke-6

SK	db	JK	KT	F-hit		F-tabel	
						5%	1%
Perlakuan	11	0.148297	0.0135	127.72	**	2.22	3.09
M	2	0.009089	0.0045	43.05	**	3.40	5.61
D	3	0.060031	0.0200	189.57	**	3.01	4.72
M x D	6	0.079178	0.0132	125.02	**	2.51	3.67
Galat	24	0.002533	0.0001				
Total	35	0.150831					

12. Dokumentasi



Gambar 12.1 Monosodium Glutamate



Gambar 12.2 108 Buah Jirigen 5 Liter



Gambar 12.3 Kotoran Ayam



Gambar 12.4 Kotoran Sapi



Gambar 12.5 Proses Memasukkan Molase dan EM4



Gambar 12.6 Pelabelan



Gambar 12.7 Proses Memasukkan MSG



Gambar 12.8 Menutup Jirigen untuk Proses Fermentasi anaerob



Gambar 12.9 Pengukuran Suhu dan pH



Gambar 12.10 Pengukuran C-organik



Gambar 12.11 Pengukuran K-total



Gambar 12.12 Proses Destilasi Uap
N-total menggunakan Destilator



Gambar 12.13 Titrator



Gambar 12.14 Pengukuran P-total