

III. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Kebun Percobaan Fakultas Pertanian Universitas Tribuwana Tungadewi (UNITRI), terletak di Kelurahan Tlogomas, Malang. Penelitian ini dilakukan di dalam Semi Rumah Kaca (*screen house*). Penelitian ini dimulai pada bulan September 2016 - Agustus 2017. Analisis laboratorium seperti analisis kimia tanah yakni (pH, KTK, N-Total, dan K-Tersedia, C-Organik) Kimia Tanah Jurusan Tanah Fakultas Pertanian Universitas Brawijaya, Malang. Analisis *biochar* dilakukan di laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat analisis untuk sifat kimia yakni KTK, pH, K-Tersedia dan N-Total yang terdiri dari alat berupa pH meter merk schoot handylab pH digunakan sebagai analisis pH tanah. Sentrifuge dengan merk Danon/IEC Division, Vortexer bermerk Biorad, alat destilasi dengan merk Gerhardt, dan alat titrasi buret mikro dilakukan untuk menganalisis KTK tanah sedangkan hasil filtrat dari sisa KTK tanah digunakan sebagai analisa K-Tersedia dengan menggunakan alat berupa vial filum sebagai wadah dan Flame Photometer. Buret makro digunakan sebagai alat titrasi dalam menganalisis C-Organik tanah. Analisis N-Total tanah alat yang digunakan yaitu labu kjeldhal, alat titrasi buret makro dan alat destruksi dengan merk Gerhardt. Timbangan analitik dengan merk Ohaus dan oven merk Memmert digunakan sebagai alat analisis pendukung dilaboratorium.

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Tanah asal Pontianak (sampel tanah masam), Tanah asal kupang (sampel tanah basa), Tanah asal wajak (sampel tanah netral), Benih Jagung Hibrida Pioneer 21. Polibag 25 kg. Bahan *biochar* berupa *biochar* kotoran ayam dan *biochar* kotoran ayam diperkaya asam nitrat. Serta Pupuk SP36, Pupuk Urea, Pupuk KCl dan Air. Bahan yang digunakan sebagai Analisa C-organik adalah H_3PO_4 85%, $K_2Cr_2O_7$, H_2SO_4 pekat, F_6SO_4 ,

Difenilamina dan $7\text{H}_2\text{O}$. Bahan yang digunakan untuk Analisa N total adalah H_2SO_4 , K_2SO_3 , CuSO_4 , Se, NaOH, H_3BO_3 , $5\text{H}_2\text{O}$, Metol merah, Brom kresol hijau dan Etanol. Adapun pereaksi analisis Nitrogen Total yaitu campuran selen dan asam borat, NaOH 40%, H_2SO_4 0,01 N. Bahan yang digunakan untuk Analisa KTK adalah CH_3COOH (P.A) NH_4Cl , NaOH, NaCl, KCl, H_2SO_4 (P.A), Calcon, Etanol(teknis), NH_3 (P.A), ConwayEBT(Eriokrom Black T), HNO_3 (P.A), KCN, Triethanolamine, Hidroksilamin, Hidroklorid, Titriplex, $(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Brom, Cresol Green, Metil Merah, Aquadest, KHP, HCl (P.A). Pereaksi yang digunakan untuk analisis KTK adalah H_2SO_4 0,1 N, NaOH 0,1 N dan NH_4OAC 1N pH 7,0.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini menggunakan Rancangan Acak Kelompok Faktorial (RAKF) dengan 2 faktor yaitu faktor tingkat derajat kemasaman (pH tanah) dan faktor *biochar* yakni *biochar* kotoran ayam dan *biochar* kotoran ayam diperkaya asam nitrat. Perlakuan yang digunakan dalam penelitian terdapat 9 perlakuan dengan 3 kali ulangan, sehingga menghasilkan 27 satuan percobaan. Perlakuan yang digunakan disajikan pada tabel 1

Tabel 1. Faktor dan Taraf perlakuan

Faktor Perlakuan	Taraf	
<i>Biochar</i>	K	= tanpa <i>biochar</i> + Pupuk N (Kontrol)
	B	= <i>Biochar</i> kotoran ayam + Pupuk N
	BN	= <i>Biochar</i> kotoran ayam + asam nitrat
pH Tanah	A	= 3-5
	B	= 7,5-8
	C	= 6-7,4

Berikut merupakan perlakuan yang dilakukan meliputi kode penelitian, jenis perlakuan serta tingkat kemasaman tanah dengan 3 kali ulangan disajikan pada tabel 2

Tabel 2. Perlakuan dan Penelitian

Kode	Kombinasi Perlakuan	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
AK	Tanpa <i>biochar</i> + dosis pupuk N pada pH tanah (3-5)	AK 1	AK 2	AK 3
BK	Tanpa <i>biochar</i> + dosis pupuk N pada pH tanah (7,5-8)	BK 1	BK 2	BK 3
CK	Tanpa <i>biochar</i> + dosis pupuk N pada pH tanah (6,5-7,4)	CK 1	CK 2	CK 3
AB	<i>Biochar</i> kotoran ayam + dosis pupuk N pada pH tanah (3-5)	AB 1	AB2	ABN3
BB	<i>Biochar</i> kotoran ayam + dosis pupuk N pada pH tanah (7,5-8)	BB 1	BB 2	BB 3
CB	<i>Biochar</i> kotoran ayam + dosis pupuk N pada pH tanah (6,5-7,4)	CB 1	CB2	CB 3
ABN	<i>Biochar</i> kotoran ayam diperkaya asam nitrat pada pH tanah (3-5)	ABN1	ABN2	ABN3
BBN	<i>Biochar</i> kotoran ayam diperkaya asam nitrat pada pH tanah (7,5-8)	BBN1	BBN2	BBN3
CBN	<i>Biochar</i> kotoran ayam diperkaya asam nitrat pada pH tanah (6,5-7,4)	CBN1	CBN2	CBN3

3.4 Pelaksanaan Penelitian

a. Pembuatan *Biochar* Kotoran Ayam Diperkaya Asam Nitrat

Metode yang digunakan dalam pembuatan *biochar* yaitu sorption ammonium nitrat pada *biochar* (Jasal *et al.* 2015). *Biochar* menggunakan bahan baku kotoran ayam yang dilakukan dalam proses pyrolysis dengan suhu 600⁰C. alat dan bahan yang digunkana antara lain : ayakan 0,2 mm, gelas ukur, tabung erlenmeyer, *biochar* kotoran ayam, aquades, CaCl₂, botol container, etanol, aluminium foil, asam nitrat, shaker dan kertas whatman. Tahapan pertama *biochar* kotoran ayam diayak menggunakan ayakan 0,2 mm, kemudian larutan CaCl₂ dibuat dengan konsentrasi 0,01M. kemudian buat larutan 1 dengan cara gunakan botol container 100 ml (9 botol), larutkan CaCl₂ 0,01 M dimasukan sebanyak 50 ml kedalam botol *cointaner*, lalu tambahkan 2,5 g *biochar* kotoran ayam kedalam botol container dan tambahkan etanol 0,1 ml. kemudian pada larutan 2 buat larutan campuran dari CaCl₂ 0,01 M sebanyak 2 g, aduk hingga larut lalu siapkan larutan pertama 2,5 ml larutan kedua dimasukan kedalam larutan pertama dengan menggunakan pipet tetes, kocok *container* selama 4 jam (gunakan *shaker* dengan kecepatan 125 Rpm), *wrap container* dengan alumunium foil dan tunggu satu malam, lalu saring dan pisahkan antara *biochar* dengan larutan kemudian kering anginkan *biochar* kotoran ayam selama 24 jam.

b. Pengambilan Sampel Tanah

Pengambilan sampel tanah ini dilakukan pada 3 lokasi yaitu Pontianak Kalimantan Barat (sampel tanah masam), Wajak Malang (sampel tanah netral), Kupang NTT (sampel tanah basa). Kemudian masing masing tanah dikering-anginkan dan dibiarkan selama 1 minggu hal ini bertujuan untuk mengurangi

kadar air dalam tanah. Setelah itu tanah dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 0,5 cm yang bertujuan untuk memisahkan tanah dari kerikil, batu maupun seresah tumbuhan kemudian dimasukkan kedalam polibag. Dengan Bobot tanah 10 kg.polibag⁻¹, dengan ukuran polibag 20x40x40 cm. setelah itu tanah dalam polibag disiram hingga tergenang dan ditanami dengan benih jagung pioneer hibrida. Tanaman jagung disiram secara berkala dan dilakukan pengamatan setiap minggunya dengan parameter tinggi tanaman dan jumlah daun.

c. Analisis Dasar

Analisis dasar yang dilakukan pada tiga sampel tanah (asam, basa dan netral) dan sampel *biochar*. Analisis dasar yang dilakukan meliputi : pH, KTK, C-Organik, N dan K. Parameter dan metode analisis tanah yang digunakan dalam analisis dasar pada tabel 3.

Tabel 3. Macam Analisis Dasar tanah dan metode yang digunakan

No	Macam Analisi Dasar	Metode Analisis
1	pH tanah	Glass Electrode
2	N-total (%)	Kjeldhal
3	KTK (cmolk ⁻¹)	NH ₄ O Ac pH 7
4	K-tersedia (me100gr ⁻¹)	Flame Fotometer
5	C-Organik (%)	Walkey and Black

Hasil analisis dasar yang telah dilakukan disajikan dalam tabel 4.

Tabel 4. Hasil Analisis Dasar

No	Analisa dasar	Tanah A	Tanah B	Tanah C
1	pH Tanah	3,8	7,8	4,2
2	KTK (cmol/kg)	23,43	28,76	19,0
3	K Tersedia (me/100gr)	1,43	2,21	0,86
4	N Total (%)	0,19	0,20	0,17
5	C-Organik (%)	2.19	1.26	1.02

d. Persiapan Media Tanam dan Penanaman

Persiapan awal adalah *screenhouse* dibersihkan. Kemudian tanah yang sudah ditimbang seberat 10 kg didalam polibag berukuran 20x40x40 cm sebanyak 27 sampel dan disiram dipindahkan ke dalam *screenhouse*. Setelah itu pembuatan lubang sedalam 3-5 cm untuk penanaman Bahan tanam berupa benih jagung pioneer 21 hibrida dalam polibag masing-masing 3 benih. Setelah itu tanah disiram agar tanah lembab.

d. Pemupukan

Pada tahapan pemupukan ini dilakukan sesuai dengan anjuran pemupukan tanaman jagung (Warison, 1998), yakni KCl, Urea, SP-36, masing-masing polibag dengan dosis urea 150kg/ha, KCl 100kg/ha dan SP36 100 kg/ha, dosis yang ada kemudian dikonversikan kedalam satuan polibag yang telah diisi tanah 10 kg/polibag untuk menemukan dosis per polibag. Dosis kebutuhan pupuk per polibag untuk urea = 0,75 gram, KCl = 0,5 gram dan SP36 = 0,5 gram. ketiga pupuk tersebut hanya diberikan pada 18 sampel, sedangkan 9 sampel sisanya diberikan pupuk KCl dan SP 36 yang akan digunakan untuk perlakuan *Biochar* kotoran ayam diperkaya asam nitrat. Pemupukan dilakukan pada awal tanam, yakni 4 mst dan 8 mst.

e. Pemeliharaan

Pada pemeliharaan tanaman ini dilakukan beberapa kegiatan diantaranya penyiraman yang dilakukan setiap hari selama masa vegetatif, pemberian ajir per polibag dengan panjang 1,5 meter yakni pada saat jagung berumur 2 minggu setelah tanam. Selain itu dilakukan penyiangan gulma yang dilakukan secara manual pada polibag maupun daerah sekitar polibag (dalam *screenhouse*). Setelah tanaman jagung berumur 1 minggu langsung dilakukan pengamatan yang dilakukan pada 2,4,6,8 MST dengan parameter tinggi tanaman dan jumlah daun maupun tongkol jagung. Analisa tanah dilakukan pada sebelum tanam dan setelah panen dengan cara mengambil sampe disekitar perakaran tanaman jagung untuk dilakukan analisis pH, KTK, C-Organik, N dan K.

f. Panen dan Pengambilan Sampel Tanah

Kegiatan panen dilakukan dengan memisahkan tanah jagung dari setiap polibag. Keseluruhan bagian tanaman jagung diambil dan dilakukan dokumentasi akhir/panen. Setelah itu pengambilan sampel tanah dilakukan dengan mengambil sampel tanah agregat utuh. Sampel tanah yang diambil adalah tanah yang berada dipermukaan hingga kedalaman sesuai perakaran tanaman dengan kedalaman sekitar 10 cm disekitar perakaran tanaman jagung. Sampel tanah lalu dimasukkan dalam kantong plastik untuk selanjutnya dilakukan analisa kimia tanah yakni KTK, pH Tanah, N-Total dan K-Tersedia.

3.5 Pengamatan dan Analisa Data

a. Metode pengamatan

Pengamatan tanaman dilakukan pada setiap 2 minggu hingga 8 MST dengan parameter pengamatan tinggi tanaman yang dilakukan dengan cara mengukur tinggi tanaman dari pangkal bawah permukaan tanah hingga malai, sedangkan jumlah daun maupun tongkol jagung diukur dengan cara menghitung jumlah daun yang tumbuh sempurna. Pengamatan tanah dilakukan pada sebelum tanam dan pada 11 MST. Berikut adalah tabel parameter pengamatan dan metode yang digunakan serta waktu pengamatan dapat dilihat pada tabel 9 berikut

Tabel 5. Pengamatan dan Analisa Data

No	Pengamatan	Macam Analisa Dasar	Metode Analisis	Waktu Pengamatan (MST)
1	Tanah	pH tanah	Glass Electrode	Sebelum, 11 (80hst)
2		N-Total (%)	Kjeldhal	Sebelum, 11 (80hst)
3		KTK (cmol/kg)	NH ₄ O Ac pH 7	Sebelum, 11 (80hst)
4		K-Tersedia (me/100gr)	Flame Fotometer	Sebelum, 11 (80hst)
5	Tanaman	Tinggi tanaman (cm)	Non Destruktif	2,4,6,8
6		Jumlah Daun (helai)	Non Destruktif	2,4,6,8

b. Langkah Kerja di Laboratorium

1. Pengukuran pH Tanah

Tahapan awal adalah menimbang 10 g tanah kering udara yang sudah lolos ayakan 2 mm kemudian masukkan dalam botol plastik. Tambahkan 10 ml Aquadest (untuk penetapan pH H₂O). Timbang 10 g tanah kering udara yang sudah lolos ayakan 2 mm kemudian masukkan dalam botol plastik. Tambahkan 10ml KCl 1N (untuk penetapan pH KCl 1N). Kocok dengan mesin pengocok selama 60 menit kemudian diukur menggunakan pH meter yang sudah dikalibrasi dengan larutan penyangga pH = 4 dan pH = 7. Catat pH yang ditampilkan pada pH meter.

2. Pengukuran N-Total

Ditimbang 0.5 g contoh tanah yang telah lolos ayakan 0.5 mm (Untuk tanaman ditimbang 0,1 g yang telah digrinding halus), masukkan dalam labu Kjeldahl tambahkan 1 g campuran selen dan 5 ml H₂SO₄ (P.A). Kemudian didestruksi pada temperatur 300°C. Setelah sempurna didinginkan lalu diencerkan dengan H₂O 50 ml. Kemudian ditambah 20 ml NaOH 40% lalu didestilasi dan

hasil distilat ditampung dengan asam borat 20 ml. Detilasi dihentikan sampai volume tampungan 50 ml dan berwarna hijau. Dtitrasi dengan H_2SO_4 sampai titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna dari hijau menjadi merah anggur (warna boraks semula).

3. Pengukuran KTK

Timbang 1gr contoh tanah yang telah lolos ayakan 0.5 mm masukkan dalam tabung sentrifuge. Tambahkan 10ml aquadest, kocok selama 30 menit dan setelah itu sentrifuge selama 10 menit. Lalu buang cairan hati – hati jangan sampai tanah ikut terbang. Tambahkan 10 ml NH_4O Ac pH 7 ke dalam tabung yang masih ada tanahnya, rotap dan dikocok pada mesin pengocok selama 60 menit. Sentrifuge selama 10 menit, saring dengan kertas saring. Filtratnya ditampung. Tanah jangan ikut tertuang. Tambahkan 10 ml NH_4O Ac pH 7 ke dalam tabung, rotap dan sentrifuge selama 10 menit. Saring dan filtrat ditampung kembali ke wadah filtrate sebelumnya. Tambahkan 10 ml NH_4O Ac 1 N pH 7 yang mengandung 1% NH_4Cl 1 N ke dalam tabung, rotap dan sentrifuge 10 menit. Saring dan filtrat ditampung kembali ke wadah filtrat sebelumnya. Tambahkan 10ml etanol ke dalam tabung, rotap dan sentrifuge selama 10 menit. Cairan-cairan yang terpisah dibuang (tanah jangan sampai terbang). Ulangi langkah ini sampai 3x. Setelah dicuci etanol sebanyak 4x, kemudian dibuang. Endapan tanah yang tersisa ditambah Aquadest 10ml dirotap dan pindahkan ke tabung kjeldahl, tambahkan \pm 50ml aquadest, 20 ml NaOH 40% lalu segera didestilasi. Hasil destilasi ditampung dengan H_2SO_4 0.1N 15ml yang ditambah 3 tetes indikator Conway. Detilasi dihentikan setelah volume tampungan mencapai \pm 50ml. Hasil detilasi dititrasi dengan NaOH yang sudah diketahui normalitasnya. Catat volume NaOH yang dibutuhkan untuk titrasi sampai terjadi perubahan warna dari merah menjadi hijau.

3.6 Analisis statistik

Data yang sudah terkumpul dianalisa ragam (ANOVA) menggunakan aplikasi DAASAT. Apabila ANOVA menunjukkan hasil berbeda nyata maka akan dilanjutkan dengan uji Duncan's Multiple Range Test (DMRT) pada taraf 5 %. Dan dilakukan uji korelasi untuk mengetahui hubungan antar parameter serta uji regresi untuk mengetahui seberapa besar hubungan antara parameter.