

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Populasi dan Sampel Penelitian

Populasi merupakan keseluruhan elemen dalam penelitian meliputi objek dan subjek dengan ciri-ciri dan karakterisasi tertentu (Amin et al., 2023). Populasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk kayu dan ampas sagu. Sampel adalah Sampel adalah serbuk kayu yang diambil dari limbah gergajian kayu Pasar Youtefa dan ampas sagu yang diambil dari kampung Harapan, Sentani.

3.2 Pembuatan Biochar

3.2.1 Pengumpulan Sampel

Sampel biochar serbuk kayu diambil dari tempat usaha somel yang bertempat di pasar Youtefa. Serbuk kayu yang diambil merupakan hasil pembuangan dari produksi papan yang sudah tidak digunakan kembali. Berdasarkan hasil wawancara dengan pengusaha somel, sisa-sisa produksi papan dibuang ke Buper.

Sementara itu, ampas Sagu didapatkan dari tempat produksi sagu yang bertempat di Kampung Harapan, Sentani, Kabupaten Jayapura. Ampas sagu biasanya dibuang langsung oleh warga ke alam terbuka, sehingga dapat menyebabkan pencemaran lingkungan dan produksi emisi C ekivalen dari proses dekomposer limbah. Pemanfaatan kembali limbah Serbuk kayu dan ampas sagu dapat menekan angka pencemaran lingkungan tinggi bahkan mampu menahan CO₂ di dalam tanah dan kesuburan tanahpun dapat ditingkatkan.

3.2.2 Pengambilan Sampel Tanah

Sampel tanah yang diambil adalah tanah yang digunakan sebagai lahan pertanian yang berlokasi di Koya Timur, kota Jayapura. Tanah yang dipakai memiliki karakteristik berwarna kehitaman, kasar, bergumpal, dan

padat. Menurut penelitian Putra et al (2020), jumlah emisi CO₂ pada lahan sayuran sebesar 4.98 kg/ha/hari. Tingginya emisi CO₂ yang dilepas merupakan hasil dari respirasi tanah akibat terjadinya oksidasi bahan organik. Pengolahan tanah intensif pada lahan sayuran berpengaruh terhadap tingginya nilai emisi CO₂ pada lahan tersebut. Dalam sistem olah tanah intensif kondisi lingkungan mendukung aktivitas mikroba melakukan dekomposisi terhadap bahan organik dan menghasilkan emisi CO₂. Semakin tinggi aktivitas mikroba tanah, maka semakin besar pula emisi CO₂ yang dihasilkan.

3.2.3 Proses Pirolisis untuk Menghasilkan Biochar

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah serbuk kayu dan ampas sagu. Serbuk kayu dan ampas sagu dicuci menggunakan air bersih dan di jemur selama tiga hari di bawah panas matahari. Setelah itu serbuk kayu dan ampas sagu dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 105 °C selama 1 jam untuk menghilangkan kadar air tersisa pada kedua sampel. Pembuatan biochar dilakukan secara pirolisis yaitu membakar masing-masing sampel serbuk kayu dan ampas sagu sebanyak 700 gram selama 1 dan 2 jam dengan suhu 650 °C dan 400 °C (Ghani, 2014; Anastasia, 2022).

3.3 Karakterisasi *Biochar*

3.3.1 Analisis Kadar Air

Proses analisis kadar air dilakukan dengan cara mengeringkan cawan porselen beserta tutupnya selama 30 menit pada suhu 105 °C. Sebanyak 1 gram sampel dimasukkan ke dalam cawan porselin yang telah ditimbang beratnya. Cawan kemudian di masukkan ke dalam oven dan sampel dipanaskan pada suhu 105 °C selama 1 jam. Setelah itu cawan yang berisi sampel didinginkan dalam desikator selama 15 menit. Cawan yang berisi sampel ditimbang dan dihitung kadar airnya dengan rumus:

$$\text{Kadar air (\%)} = \left[\frac{(A-B)}{A} \right] \times 100\% \text{ (Almira et al., 2021).}$$

Dimana:

A = Berat Sampel yang digunakan (gr).

B = Berat sampel setelah dipanaskan (gr).

3.3.2 Analisis Luas Permukaan

Luas permukaan biochar adalah jumlah keseluruhan area permukaan yang tersedia untuk berinteraksi dengan zat-zat kimia dan nutrisi dalam lingkungan sekitarnya. Metode analisis yang digunakan adalah Adsorpsi Gas (BET). Metode ini menggunakan adsorpsi gas, seperti nitrogen, untuk mengukur luas permukaan spesifik biochar. Selain itu, Metode Metilen Blue yaitu metode yang melibatkan pewarnaan dengan Metilen Biru untuk mengukur luas permukaan biochar (Li & Tasnady, 2023).

3.4 Analisis Kualitas Tanah

3.4.1 Analisis Kandungan Air dalam Tanah

Timbang 5,000 g contoh tanah kering udara dalam pinggan aluminium yang telah diketahui bobotnya. Keringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 3 jam. Angkat pinggan dengan penjepit dan masukkan ke dalam eksikator. Setelah sampel dingin, kemudian timbang. Bobot yang hilang adalah bobot air (Sulaeman et al., 2005; Tim Unit Jaminan Mutu, 2012).

$$\text{Kadar Air (\%)} = (\text{kehilangan bobot} / \text{bobot contoh}) \times 100$$

$$\text{Fka} = \text{Faktor Kadar Air} \left(\frac{100}{100 - \% \text{ kadar air}} \right)$$

3.4.2 Pengukuran C-Organik menggunakan Metode *Walkey-Black*

1. Pembuatan Larutan Kalium Dikromat 1 N

Kalium dikromat sebanyak 9,81 gram dimasukkan ke dalam gelas beker 100 ml lalu dilarutkan dengan 60 ml air suling. Lalu, larutan ditambahkan 10 ml asam sulfat (H_2SO_4) pekat dan dipanaskan hingga larut sempurna. Setelah dingin, larutan diencerkan dalam labu ukur 100 ml dengan air suling hingga tanda tera. Labu ukur di seka volume larutan ditera. Kemudian, larutan dihomogenkan.

2. Larutan Standar C-Organik 5000 ppm

Glukosa p.a sebanyak 1,2510 gram dimasukkan ke dalam gelas beker 100 ml dan dilarutkan dengan 50 ml air suling. Lalu, larutan dipindahkan ke dalam labu takar 100 ml dan ditambahkan 100 dan ditambahkan air suling sampai tanda tera. Labu ukur diseka dan volume larutan ditera. Kemudian, larutan dihomogenkan.

3. Penentuan Larutan Standar C-Organik 0; 25; 50; 100; 150; 200; 200; 250 ppm.

Larutan standar C-Organik 5000 ppm dipipet masing-masing 0; 0,125; 0,25; 0,5; 0,75; 1; dan 1,25 ml, lalu dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml. kemudian larutan tersebut ditambahkan 2,5 ml larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1 N dan 3,75 ml H_2SO_4 Pekat. Lalu, larutan tersebut ditambahkan air suling sampai tanda tera. Labu takar diseka dan volume ditera. Kemudian, larutan dihomogenkan. Blanko dibuat dengan konsentrasi 0 ppm.

4. Penentuan Kandungan C-organik dalam Sampel Tanah

Sampel tanah sebanyak 0,2500 gram dimasukkan ke dalam gelas beker 50 ml dan di tambahkan 2,5 ml larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1 N, lalu diaduk. Larutan tersebut ditambahkan 3,75 ml H_2SO_4 pekat dan diaduk 5 menit. Kemudian, larutan ditambahkan 12,5 ml air suling sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama 30 menit. Larutan didiamkan selama 6 menit. Larutan dipindahkan dalam labu takar 50 ml dan ditambahkan air suling sampai tanda tera. Kemudian larutan dihomogenkan. Larutan yang telah dibuat dibiarkan semalaman. Setelah itu disaring dan diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang 561 nm. Optimasi panjang gelombang dilakukan terlebih dahulu. Pengujian

dilakukan dengan replikasi 6 kali untuk menentukan presisi dan control akurasi dengan menggunakan sampel *spike* (Putri, 2020).

3.4.3 Pengukuran Unsur N Menggunakan Metode Kjeldahl

Tahap Destruksi dilakukan dengan cara menimbang sampel sebanyak 0,5 gram contoh tanah ukuran < 0,5 mm yang telah dihaluskan dan kemudian dimasukkan ke dalam tabung Kjeldahl 100 ml yang kemudian ditambahkan 10 ml asam sulfat pekat dan katalisator CuSO₄ dan K₂SO₄ dengan perbandingan 1:2 kurang lebih 1 gram. Labu Kjeldahl dipanaskan pada kompor destruksi pada suhu 270 °C selama 2 jam atau saat warna larutan menjadi jernih kehijauan. Tabung destruksi kemudian didinginkan dan ditepatkan volumenya dengan aquades sampai 50 mL. Sebanyak 20 mL cairan diambil dan dimasukkan ke dalam labu destilasi kemudian 20 mL NaOH 40% ditambahkan dengan hati-hati melalui dinding. Indikator pp ditambahkan sebanyak 3 tetes. Blanko dibuat dengan mengganti sampel dengan aquades sebagai pengurang.

Labu destilasi dipasang pada alat dan kondensor dinyalakan dan ujungnya dibenamkan dalam cairan penampung. Erlenmeyer yang berisi 20 mL larutan asam borax 0,1N yang sudah ditambahkan indikator Conway sebanyak 3 tetes digunakan sebagai penampung hasil destilasi. Sampel dan blanko hasil destilasi kemudian dititrasikan menggunakan larutan HCl 0,1 N. Proses titrasi diakhiri sampai warna larutan pada Erlenmeyer berubah dari warna hijau muda menjadi ungu muda yang menandakan semua unsur N tepat bereaksi dengan Cl. Setiap perlakuan dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali (AOAC, 1990; Ispitasari, 2022; Sulaeman et al., 2005). Penetapan Kadar N dalam tanah menggunakan rumus berikut ini:

$$\begin{aligned}\text{Kadar Nitrogen (\%)} &= (Vc - Vb) \times N \times bst \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times Fk \\ &= (Vc - Vb) \times N \times 14 \times 100 \text{ mg } 500^{-1} \times Fk \\ &= (Vc - Vb) \times N \times 14 \times 2,8 \times Fk\end{aligned}$$

Dimana:

$V_{c,b}$ = ml titar contoh dan blanko

N = Normalitas Larutan Baku H_2SO_4

14 = Bobot setara Nitrogen

100 = Konversi ke %

F_k = Faktor koreksi kadar air $(100/100 - \% \text{ kadar air})$.

3.4.4 Pengukuran Unsur K

Prinsip pengukuran unsur K menggunakan alat flame fotometer filtrat tanah pada NH_4OAc 1 N yang jenuh (Sulaeman et al., 2005).

3.4.5 Pengukuran Unsur P dengan Metode Olsen

1. Pengekstrak Olsen

Larutkan 42 gram $NaHCO_3$ dengan aquadest 500 ml ke dalam gelas piala. Tetapkan pH larutan menjadi 8,5 dengan penambahan $NaOH$ (bisa menggunakan $NaOH$ 40%, ditambahkan setetes demi setetes). Pindahkan larutan ke dalam labu takar 1000 ml dan tambahkan aquadest sampai tanda batas.

2. Pereaksi P pekat

Larutkan 12 gram $(NH_4)_6 MO_7 O_{24} . 4H_2O$ (ammonium heptamolibdat) dengan 100 ml aquadest dalam gelas piala. Tambahkan 0,277 gram K (SbO) $C_4H_4O_6 . 0,5 H_2O$ (antimoni kalium tartrate) dan secara perlahan 140 ml H_2SO_4 pekat. Pindahkan larutan tersebut ke dalam labu takar 1 liter dan tambahkan aquadest sampai tanda batas.

3. Pereaksi Pewarna P

Campurkan 1.06 gram asam askorbat dan 100 ml pereaksi P pekat. Tambahkan 25 ml H_2SO_4 4N, kemudian jadikan volume 1000 ml dengan penambahan aquadest. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru

4. Larutan Standar Induk 1000 ppm

Timbang 4,39 gram KH_2PO_4 (kering oven 105 °C selama 1 jam) larutkan dengan aquadest sampai volume 1 liter (larutan ini mengandung 1 mg/ml P atau 1000 ppm P).

5. Deret Standar (0-2 ppm)

Pipet 10 ml larutan standar induk 1.000 ppm KH_2PO_4 ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok. Maka didapatkan larutan standar induk 100 ppm. Setelah itu, Dipipet standar P dan ekstrak olsen hingga jumlah masing-masing deret standar 10 ml

Tabel 3. 1 Larutan Deret Standar P

No	Standar P (ml)	Ekstrak Olsen (ml)	Total (ml)
1	0	10	10
2	0,2	9,8	10
3	0,4	9,6	10
4	0,8	9,2	10
5	1,2	8,8	10
6	1,6	8,4	10
7	2,0	8	10

6. Penetapan Kadar P

1 g contoh tanah < 2 mm, dimasukkan ke dalam botol kocok, ditambah 20 mL pengekstrak Olsen, kemudian dikocok selama 30 menit dan disaring dengan kertas saring berlipat. Bila larutan keruh dikembalikan lagi ke atas saringan semula. Ekstrak dipipet 2 mL ke dalam tabung reaksi dan selanjutnya bersama deret standar ditambahkan 10 mL pereaksi pewarna fosfat, kocok hingga homogen dan biarkan 30 menit. Absorbansi larutan diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 693 nm (Sulaeman et al., 2005; Tim Jagad Kimia, 2018; Tim Unit Jaminan Mutu, 2012).

7. Perhitungan Kadar P dalam Tanah

$$\text{Kadar PO}_4 \text{ (ppm)} = \frac{\text{Bacaan Sampel} - a}{b} \times fp \times Fka$$

Dimana :

a = Gradien Garis

b = Konstanta

fp = Faktor Pengenceran (10/1)

Fka = Faktor Kadar Air ($\frac{\% \text{ kadar air} + 100}{100}$)

3.4.6 Pengukuran pH Tanah

Pereaksi yang dibutuhkan yaitu:

1. Air bebas ion
2. Larutan buffer pH 7,0 dan pH 4,0
3. KCL 1 M

Cara Kerja:

Timbang 10,00 gram < 2 mm contoh tanah sebanyak dua kali, masing-masing dimasukkan ke dalam botol kocok, ditambah 50 ml air bebas ion ke botol yang satu (pH H₂O) dan 50 ml KCl 1 M ke dalam botol lainnya (pH KCl). Kocok dengan mesin pengocok selama 30 menit. Suspensi tanah diukur dengan pH meter yang telah dikalibrasi menggunakan larutan buffer pH 7,0 dan pH 4,0. Laporkan nilai pH dalam 1 desimal.

Catatan: Prosedur di atas menggunakan rasio 1:5. Rasio dapat berubah sesuai jenis contoh dan permintaan (Sulaeman et al., 2005).

3.5 Uji Penyerapan CO₂ di Tanah

3.5.1 Persiapan dan Uji Karakterisasi Tanah

Sampel tanah diambil dari lahan pertanian yang bertempat di Koya, kota Jayapura. Pada kedalaman 10-30 cm, karena pupuk kimia yg sudah terdistribusi dapat dianalisis kandungan emisi CO₂ yang di hasilkan. Selain itu, pada kedalaman ini mengandung bahan organik dan mineral yang tinggi. Kemudian dilakukan analisa pH pada tanah yang belum ditambahkan biochar serbuk kayu dan ampas sagu sebagai kondisi awal tanah (Agrelac, 2022).

3.5.2 Persiapan Reaktor Penelitian

Dosis biochar yang digunakan sebesar 10% dari berat sampel yaitu 250 gram dengan perlakuan setiap 5 hari dilakukan pengamatan selama 20 hari. Langkah selanjutnya yaitu pengukuran emisi CO_2 untuk mengetahui laju respirasi tanah menggunakan metode titrasi asam basa. Absorben yang digunakan untuk menangkap CO_2 yang dilepaskan oleh tanah adalah NaOH 0,1 M. Reaktor penelitian dihubungkan ke tabung plastik berukuran 30 ml yang berisi larutan adsorben NaOH 0,1 M dengan menggunakan selang, kemudian CO_2 yang terserap pada adsorben akan diukur menggunakan metode titrasi asam basa dengan larutan HCl 0,1 M. pengukuran emisi dapat di hitung dengan rumus:

$$\text{Mg CO}_2 = \frac{(b-a) \times t \times 250}{n} \dots\dots \text{persamaan 1 (Sasmita et al., 2022)}$$

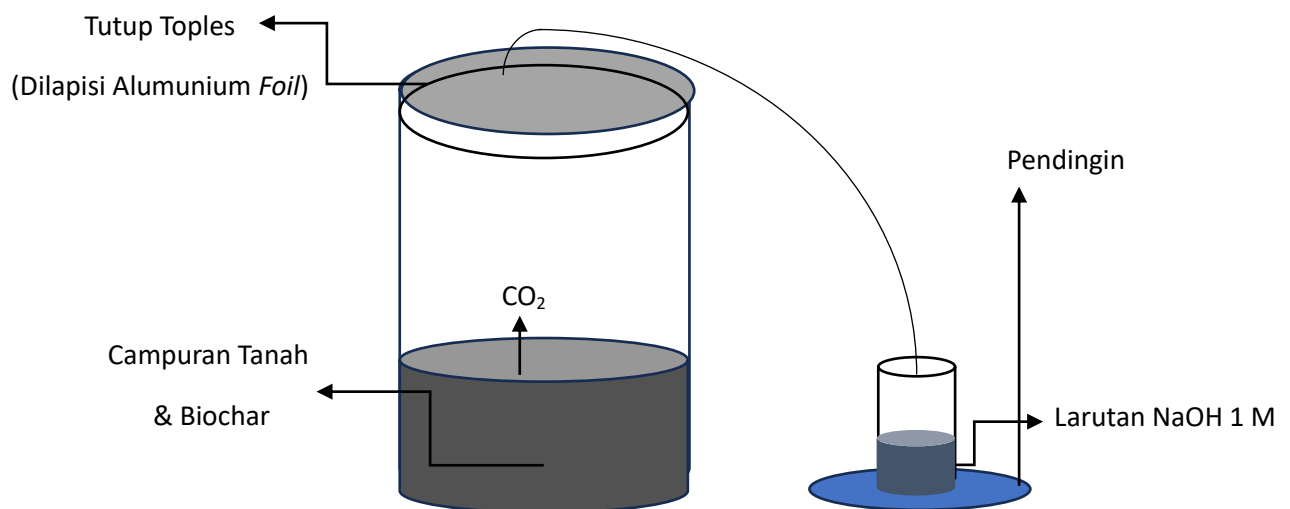
Dimana:

a = ml HCl untuk sampel tanah

b = ml HCl untuk control

t = normalitas HCl

n = Jumlah hari inkubasi.



Gambar 3. 1 Reaktor penelitian

25 gram Biochar	Pengamatan CO ₂ Terserap Hari ke-			
	t1 (5 hari)	t2 (10 hari)	t3 (15 hari)	t4 (20 hari)
TB0 (Kontrol)	B0, t1	B0, t2	B0, t3	B0, t4
TB1 (Serbuk Kayu)	B1, t1	B1, t2	B1, t3	B1, t4
TB2 (Ampas Sagu)	B2, t1	B2, t2	B2, t3	B2, t4

Tabel 3. 2 Penamaan Sampel Pengujian Emisi CO₂

Keterangan:

B = Jenis Biochar

T = Tanah

t = Waktu Inkubasi