



Karakteristik Morfologi dari Formulasi Pupuk NPK Coated dengan Enkapsulasi Starch-PVA-Glycerol

Wildan Habibi^{1*}, Chandra Wahyu Purnomo¹, dan Indra Perdana¹

¹Program Studi Magister Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta 55281

*E-mail: wildanhabibi92@mail.ugm.ac.id

Abstract

In modern agriculture, the application of NPK fertilizer plays an important role in food security. However, most commercial uncoated fertilizers have low nutrient absorption efficiency with 30-70% nutrient loss, advances to financial losses for farmers and causing environmental issues. Slow-release fertilizer (SRF) is the best solution to decrease loss rate, supplying nutrients sustainably, and reduces potential negative environmental effects. These fertilizers are made by physically encapsulating NPK fertilizer with organic hydrophobic materials (starch-polyvinyl alcohol (PVA)-glycerol). Double layered encapsulation is formulated by in-situ copolymerization of starch with vinyl acetate monomer from PVA in different ratios. Glycerol is added to increase the film compatibility. Scanning Electron Microscope (SEM) followed by Energy Dispersive X-ray (EDX) analysis reveals the morphological characteristic of uncoated and coated NPK samples. The surface micrograph of uncoated NPK exhibits fine spire crystals that are intensely cemented on to the surface with some bigger crystals of potassium chloride. The gaps and pores are also visible. The SEM micrographs of coated NPK depict layering and agglomeration that is a clear indication of the coating. A higher ratio of PVA increases agglomeration on the surface of coated NPK, representing dense and complete coverage with less pores and cavities occurs.

Keywords: Coated NPK; copolymerization; polyvinyl alcohol; slow-release fertilizer; starch

Pendahuluan

Pertumbuhan populasi bumi diperkirakan akan meningkat menjadi 9,5 miliar pada tahun 2050. Produksi pangan perlu ditingkatkan sampai 70% seiring dengan kebutuhan tahun 2050 yang diproyeksikan (Fertahi dkk., 2021). Dalam pemenuhan kebutuhan pangan global, aplikasi pupuk NPK memainkan peran penting dalam ketahanan pangan. Namun sebagian besar pupuk di pasaran memiliki efisiensi penyerapan nutrisi tanaman yang rendah dengan tingkat kehilangan nutrisi sekitar 30-70% (Sofyane dkk., 2020). Penelitian menunjukkan bahwa sebagian besar kehilangan nutrisi dari pupuk diakibatkan oleh proses volatilisasi, nitrifikasi, dan *leaching* (Rop dkk., 2018). Hal ini dapat menyebabkan eutrofikasi pada air permukaan maupun air tanah, ketidakseimbangan ekosistem, dan peningkatan sumber bahan beracun dan karsinogenik (Changas dkk., 2020). Oleh karena itu, tingkat pelepasan nutrisi pupuk harus dimodifikasi untuk menyediakan pasokan nutrisi pada periode pertumbuhan tanaman secara stabil.

Beberapa langkah telah dilakukan untuk mengatasi permasalahan diatas. Salah satunya adalah produksi pupuk generasi baru *Slow-Release Fertilizer* (SRF). SRF mempunyai kemampuan untuk mengurangi kehilangan nutrisi, menyuplai nutrisi dengan stabil, mengurangi frekuensi pemupukan, dan meminimalisir potensi efek negatif pemupukan yang overdosis (Purnomo dan Saputra, 2021). Kategori utama SRF adalah *coated fertilizers* yang merupakan pupuk berbentuk granul dengan coating dari berbagai material. Material yang digunakan untuk pelapisan harus dapat terurai sempurna dalam tanah, relatif murah, tersedia dalam jumlah banyak, dan berasal dari sumber yang dapat diperbarui (Lum dkk., 2013).

Starch (zat pati) sebagai polimer untuk pelapisan pupuk baru-baru ini banyak digunakan. Namun *starch* memiliki properti mekanis yang rendah dan rentan terhadap serangan mikroba sehingga perlu dilakukan modifikasi. Lum dkk. (2013) melaporkan bahwa pencampuran *starch* dengan *polyvinyl alcohol* (PVA) dan gliserol menghasilkan lapisan *starch-based* dengan stabilitas dan kompatibilitas lebih baik untuk *coating* pupuk urea granul. Sofyane dkk. (2020) melakukan *coating* (*starch acetate*-PVA-gliserol) pada pupuk DAP yang membentuk struktur lapisan *cohesive film* dengan adhesi yang baik antara DAP dengan *coating*. Formulasi *coating* (*starch*-PVA-gliserol) belum diaplikasikan untuk pupuk NPK yang memiliki kompleksitas dan heterogenitas lebih tinggi dibandingkan dengan urea dan DAP. Tujuan dari penelitian ini adalah melakukan formulasi dan enkapsulasi pupuk NPK dengan variasi rasio *starch*-PVA-gliserol serta mengetahui karakteristik morfologi lapisan pupuk NPK yang dienkapsulasi.



Metode Penelitian

Bahan utama yang digunakan adalah pupuk NPK *uncoated* produksi PT. Pupuk Kalimantan Timur. Sedangkan material untuk *coating* adalah *starch* (CAS No. 9005-84-9), polyvinyl alcohol (CAS No, 9002-89-5), gliserol (CAS 56-81-5) dan *aquadest*. Alat yang digunakan adalah *coating machine* GETRA BY-300 (dilengkapi dengan *pan*, *fan* dan *heater* dengan kapasitas 2 kg per batch dan dimensi panjang 50 cm, lebar 35 cm, dan tinggi 70 cm), *sprayer*, *magnetic hot plate stirrer*, *beaker glass*, termometer, timbangan digital analitik, gelas ukur, oven, cawan petri, dan *sieve mesh size 6 & 7*.

Pembuatan larutan *coating* dilakukan dengan menimbang bahan-bahan pelapis dengan variasi rasio pada Tabel 1. Bahan pelapis berupa *starch*-PVA-gliserol dicampur dengan 40 mL *aquadest*. Campuran diaduk menggunakan *stirrer* dengan kecepatan 150 rpm pada suhu kamar (25°C) selama 20 menit. Setelah campuran tersuspensi sempurna, suhu campuran dinaikkan perlahan sampai 90°C dengan tetap dilakukan pengadukan selama 30 menit. *Aquadest* dalam larutan akan menguap hingga volume larutan menjadi 10 sampai 13 mL. Larutan *coating* dimasukkan dalam *sprayer*.

Tabel 1. Variasi Rasio Coating dalam wt%

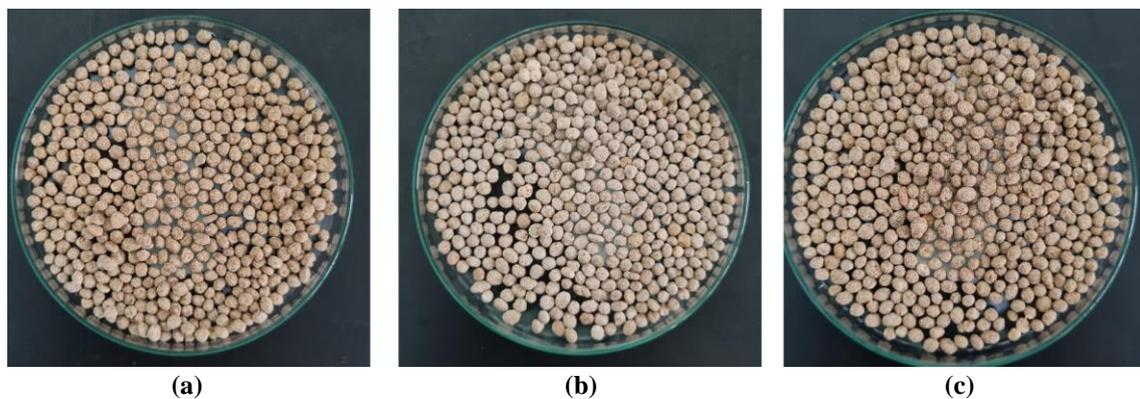
Variabel	m NPK gram	Starch wt%	PVA wt%	Gliserol wt%	m Bahan Total gram	V Aquadest mL
V-1	20	50	35	15	1,5	40
V-2	20	55	30	15	1,5	40
V-3	20	60	25	15	1,5	40

Pupuk NPK diseragamkan ukurannya dengan *sieve mesh 6* dan *sieve mesh 7* sehingga didapatkan ukuran pupuk NPK seragam pada diameter 2,8 - 3,35 mm. Kemudian, sebanyak 20 gram pupuk NPK dimasukkan ke dalam *coating pan* dan diputar dengan kecepatan 50 rpm. *Fan* dan *heater* dinyalakan untuk mengalirkan udara panas ke dalam tangki berputar. Hal ini bertujuan untuk menguapkan *solvent* dan mengeringkan partikel *coating*. Setelah 5 menit *running*, suhu *pan* akan mencapai 80°C. Larutan yang telah disiapkan dispray sedikit demi sedikit mengenai pupuk NPK sehingga terjadi pelapisan pada pupuk. Proses ini dilakukan sampai larutan dalam *sprayer* habis. Selanjutnya, pupuk dimasukkan ke dalam *oven* pada suhu 60°C selama 8 jam. Proses pelapisan diulangi untuk layer kedua untuk setiap variabel, dan kembali dioven pada suhu 60°C selama 8 jam.

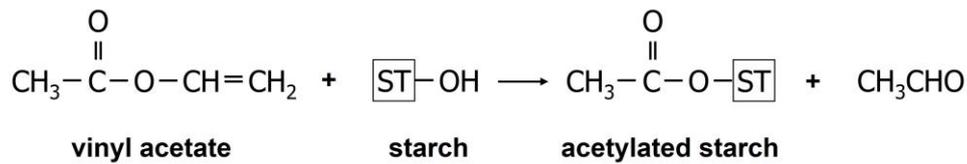
Karakterisasi dilakukan dengan *Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) Phenom Pro-X, mode: 15kV – *image*, detektor: *Backscattered Electron Detector* (BSD) *full*. Sebelum dilakukan karakterisasi, NPK *coated* dilapisi lagi dengan Au untuk meningkatkan konduktivitas materialnya.

Hasil dan Pembahasan

Hasil dari modifikasi kimia pupuk NPK yang dilapisi dua kali (*double layered NPK coated*) seperti pada Gambar 1 penelitian ini dilakukan dengan *cross-linking* atau penggabungan dua rantai polimer. Proses kimia yang terjadi adalah *in-situ copolymerization* dari *starch* dengan monomer vinyl acetate dari PVA. Proses ini terdiri dari langkah inisiasi yang diikuti dengan serangkaian polimerisasi pembentukan senyawa polimer hybrid dengan reaksi kimia yang dapat dilihat pada Gambar 2. Selama proses pembentukan polimer, inisiasi dari polimerisasi ini terjadi akibat adanya panas (*heating*).

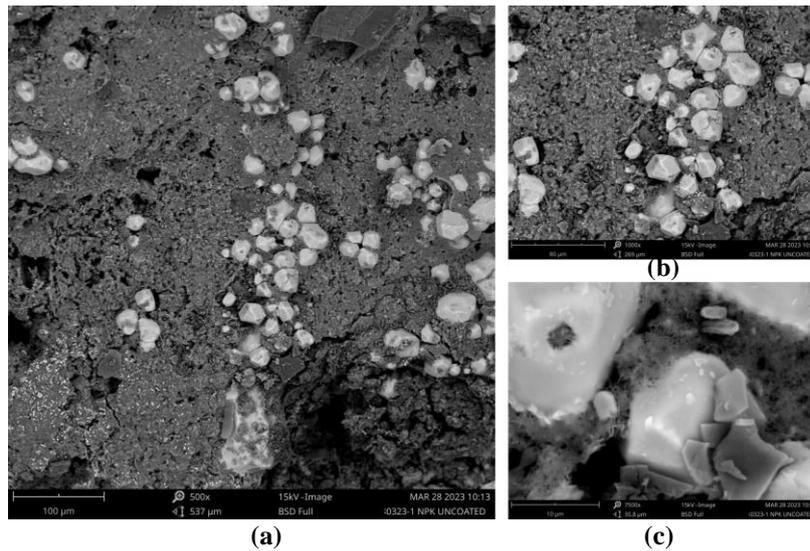


Gambar 1. *Double layered NPK coated* setelah di oven selama 8 jam: (a) variabel 1; (b) variabel 2; (c) variabel 3



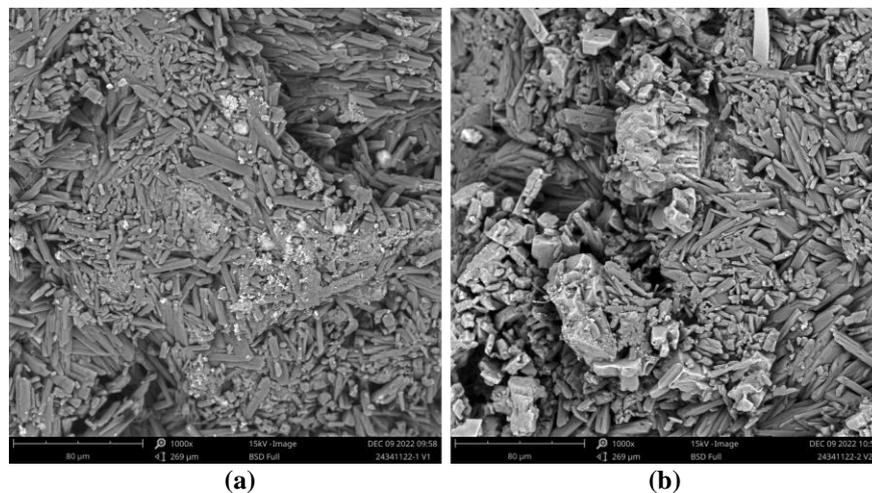
Gambar 2. Reaksi pembentukan acetylated starch dari monomer vinyl acetate dan *starch*

Hasil karakterisasi struktur morfologi dari pupuk NPK *uncoated* dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM) ditunjukkan pada Gambar 3. Secara teori, pupuk NPK dibuat dengan proses *steam granulation* dari urea ($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$), DAP ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$), dan KCl. Mikrograf permukaan NPK yang tidak dilapisi menunjukkan kristal-kristal halus berpori. Sebagian besar kristal halus ini terdiri dari unsur O, N, C, dan P dari urea dan DAP. Sedangkan kristal putih yang berukuran besar pada Gambar 3(c) merupakan kristal Potassium klorida (KCl).



Gambar 3. Struktur morfologi hasil SEM untuk NPK *uncoated* perbesaran: (a) 500x; (b) 1000x; dan (c) 7500x

Gambar 3(a) menunjukkan bahwa permukaan pupuk NPK *uncoated* memiliki pori-pori dan cekungan yang disebabkan oleh proses pengeringan (*drying*) yaitu penguapan molekul air pada permukaan pupuk. Pori-pori ini menyebabkan pupuk NPK bersifat higroskopis dimana kandungan air di udara dan tanah mudah masuk dan melarutkan nutrisi pupuk. Hal ini berdampak pada tingginya laju pelepasan nutrisi dalam tanah dan dapat memicu terjadinya pelepasan katastrofik (Shaviv, 2005).

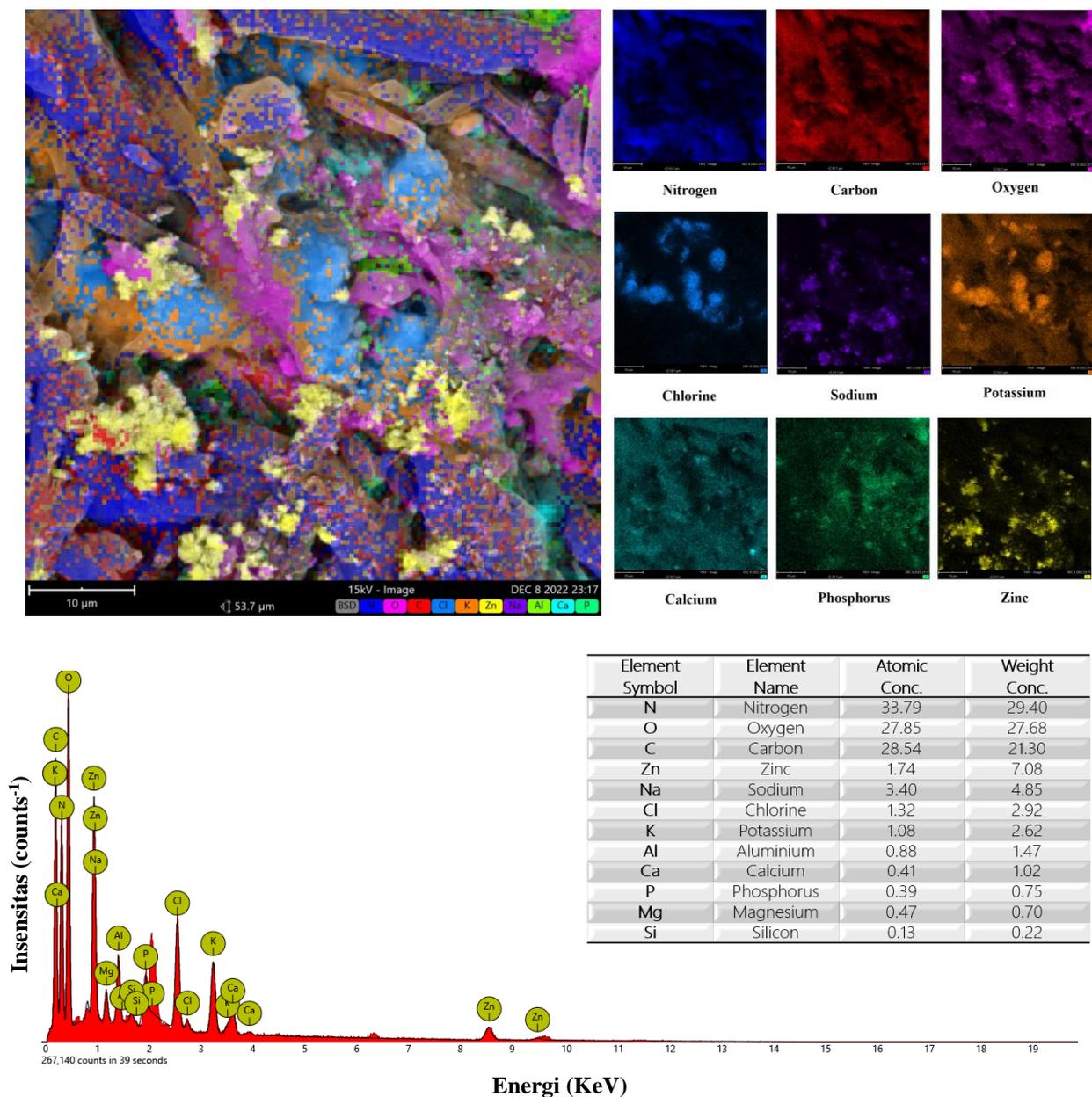


Gambar 4. Struktur morfologi hasil SEM - FOV 269 μm , 15kV-image, BSD Full untuk NPK *coated*: (a) Variabel 1 dan (b) Variabel 2

Gambar 4 menunjukkan hasil mikrograf SEM dari NPK *coated* variabel 1 dan variabel 2. Keduanya menunjukkan adanya kristal-kristal dengan ujung runcing dan penggumpalan partikel padat (aglomerasi) menutupi permukaan pupuk NPK yang merupakan indikasi jelas dari pelapisan. Pada Gambar 4(a) kristal-kristal dengan ujung runcing menutupi hampir seluruh permukaan pupuk NPK. Sedangkan pada Gambar 4(b), terlihat pori dan celah terutama pada lokasi kontak antara kristal KCl dengan lapisan *coating*.

Fenomena pada Gambar 4(a) dan (b) menunjukkan bahwa dengan adanya penambahan konsentrasi dari PVA dalam formulasi lapisan *coating* dari 30 ke 35 %wt, pori dan rongga tidak terbentuk pada permukaan pupuk NPK. Pori dan rongga dapat menginisiasi terjadinya retakan pada lapisan *coating* yang dapat memaparkan nutrisi pupuk NPK dalam lapisan. Hal ini selaras dengan penelitian Azeem dkk. (2016) yang menyatakan bahwa konsentrasi optimum dari material *coating* memainkan peran krusial dalam laju pelepasan nutrisi.

Peningkatan konsentrasi PVA dalam formulasi lapisan *coating* berkontribusi pada peningkatan laju *chemical networking* antara material *coating* dalam reaksi pembentukan acetylated starch. Sementara itu, gliserol sebagai *plasticizer* terdispersi sempurna selama reaksi *cross-link strach* dan PVA (Wu dkk., 2017). Reaksi antara *plasticizer* dengan gugus hydroxyl dari *starch*/PVA mendukung pembentukan pelapisan yang seragam karena *plasticizer* meningkatkan resistensi dari *starch* terhadap air dengan menekan sifat hidrofiliknya (Zafar dkk., 2021).



Gambar 5. Hasil pemetaan SEM-EDX spektra unsur-unsur dalam NPK coated variabel 1 - 15kV-image, BSD Full

Gambar 5 menunjukkan hasil pemetaan SEM-EDX dengan *field of view* (FOV) 53,7 μm untuk kandungan unsur-unsur dalam pupuk NPK *coated*. Adapun unsur yang dominan adalah nitrogen dari urea yang merupakan salah satu senyawa dasar pembentuk NPK. Fosfat dan potassium berada di dalam pupuk sehingga tidak terdeteksi secara signifikan dalam lapisan *coating* (Kassem dkk., 2021). Unsur C dan O yang terbaca merupakan komponen dari pupuk dan bahan *coating*, konsisten dengan komposisi kimia dari *starch*-PVA-glisерol yang mengandung unsur karbon dan oksigen. Hasil pemetaan unsur C dan O pada Gambar 5 berwarna merah dan ungu yang tersebar merata di seluruh FOV permukaan pupuk yang diamati mengindikasikan bahwa pelapisan yang terjadi sangat baik.

Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa penambahan konsentrasi PVA dalam formulasi lapisan *coating starch*-PVA-glisерol meningkatkan aglomerasi pada permukaan NPK yang dilapisi secara menyeluruh dan padat dengan lebih sedikit pori dan rongga yang terjadi. Konsentrasi *starch*-PVA-glisерol optimum pada variabel rasio 50:35:15 %wt. Laju pelepasan nutrisi dan efisiensi absorpsi pupuk NPK *coated* ini masih dalam tahap investigasi.

Ucapan Terima Kasih

Penulis menyampaikan terimakasih kepada PT. Pupuk Kalimantan Timur yang telah membiayai penelitian ini melalui program Tugas Belajar sesuai dengan SKD No. 10/DIR/II/19. Ucapan terima kasih juga ditujukan kepada Departemen Teknik Kimia, UGM dan Pusat Inovasi Agroteknologi, UGM atas dukungan fasilitas laboratoriumnya.

Daftar Notasi

m = massa NPK/bahan total [gram]

V = volume [mL]

Daftar Pustaka

- Azeem, B. KuShaari, K. Man, Z. Effect of coating thickness on release characteristics of controlled release urea produces in fluidized bed using waterborne starch biopolimer as coating material. *Procedia Eng.* 2016; 148: 282-289.
- Chagas, J. O., Gomes, J. M., Cunha, I. C. de M., de Melo, N. F. S., Fraceto, L. F., da Silva, G. A., & Lobo, F. A. Polymeric microparticles for modified release of NPK in agricultural applications. *Arabian Journal of Chemistry* 2020; 13(1): 2084–2095.
- Fertahi, S., Ilsouk, M., Zeroual, Y., Oukarroum, A., & Barakat, A. Recent trends in organic coating based on biopolymers and biomass for controlled and slow release fertilizers. *Journal of Controlled Release* 2021; Vol. 330: pp. 341–361.
- Kassem, I., Ablouh, E. H., El Bouchtaoui, F. Z., Kassab, Z., Khoulood, M., Sehaqui, H., Ghalfi, H., Alami, J., & El Achaby, M. Cellulose nanocrystals-filled poly (vinyl alcohol) nanocomposites as waterborne coating materials of NPK fertilizer with slow release and water retention properties. *Inter. J. of Bio. Macro.* 2021; 189(6): 1029–1042.
- Lum, Y. H., Shaaban, A., Mitan, N. M. M., Dimin, M. F., Mohamad, N., Hamid, N., & Se, S. M. Characterization of Urea Encapsulated by Biodegradable Starch-PVA-Glycerol. *J. of Poly. and the Enviro.* 2013; 21(4): 1083–1087.
- Purnomo, C. W., & Saputra, H. Manufacturing of slow and controlled release fertilizer. *Controlled Release Fertilizers for Sustainable Agriculture* 2021. Elsevier Inc.
- Rop, K., Karuku, G. N., Mbui, D., Michira, I., & Njomo, N. Formulation of slow release NPK fertilizer (cellulose-graft-poly(acrylamide)/nano-hydroxyapatite/soluble fertilizer) composite and evaluating its N mineralization potential. *Annals of Agricultural Sciences* 2018; 63(2): 163–172.
- Shaviv, A. Controlled release fertilizers. *IFA Int. Work. Enhanc. Fertil.* 2005; 1-13.
- Sofyane, A., Ablouh, E., Lahcini, M., Elmeziane, A., Khoulood, M., Kaddami, H., & Raihane, M. Slow-release fertilizers based on starch acetate/glycerol/polyvinyl alcohol biocomposites for sustained nutrient release. *Materials Today: Proceedings* 2020; 36: 74–81.
- Wu, Z. Yang, W. C., Chen, L., Meng, H., Zhao, J., Wang, S. Preparation and application of starch/polyvinyl alcohol/citric acid ternary blend antimicrobial functional food packaging films. *Polymers* 2017; 9 (3): 102.
- Zafar, N., Bilal, M., Niazi, K., Sher, F., Khalid, U., Jahan, Z., Abbas, G., & Zia, M. Starch and polyvinyl alcohol encapsulated biodegradable nanocomposites for environment friendly slow release of urea fertilizer. *Chemical Engineering Journal Advances* 2021; 7 (3): 100123.