

# PETUNJUK TEKNIS EDISI 3

## ANALISIS KIMIA TANAH, TANAMAN AIR DAN PUPUK



### BALAI PENGUJIAN STANDAR INSTRUMEN TANAH DAN PUPUK

Balai Besar Pengujian Standar Instrumen Sumberdaya Lahan Pertanian  
Badan Standardisasi Instrumen Pertanian  
Kementerian Pertanian

2023



AGROSTANDAR

Petunjuk Teknis Edisi 3

## **ANALISIS KIMIA TANAH, TANAMAN, AIR, DAN PUPUK**

**Penanggungjawab:**  
**Balai Pengujian Standar Instrumen Tanah dan Pupuk**

**Penyusun:**

Eviati  
Sulaeman  
Lenita Herawaty  
Linca Anggria  
Usman  
Hesti Eka Tantika  
Rini Prihatini  
Puji Wuningrum

**Penyunting:**

Ibrahim Adamy Sipahutar  
Heri Wibowo  
Adha Fatmah Siregar  
Ladiyani Retno Widowati  
Tia Rostaman

**Setting/Lay Out:**

Didi Supardi  
Ulfa Mutamimah  
Ananda Febrian

**Penerbit :**

Kementerian Pertanian Republik Indonesia  
Jl. Tentara Pelajar No. 12, Kampus Penelitian Pertanian, Cimanggu, Bogor 16114  
Telp. (0251) 8336757, Fax: (0251) 8321608, 8322933  
WEBSITE : <https://tanahpupuk.bsip.pertanian.go.id>  
E-mail : [bsip.tanahpupuk@pertanian.go.id](mailto:bsip.tanahpupuk@pertanian.go.id)  
E-mail : [bpsitanahdanpupuk@gmail.com](mailto:bpsitanahdanpupuk@gmail.com)

**Cetakan ketiga** : Desember 2023  
ISBN : 978-602-8039-49-9

## KATA PENGANTAR

Prosedur analisis dalam petunjuk teknis ini adalah acuan rutin untuk analisis tanah, tanaman, air, dan pupuk yang dilakukan di Laboratorium Kimia Tanah Balai Pengujian Standar Instrumen Tanah dan Pupuk. Buku ini merupakan penyempurnaan dari petunjuk Teknis Analisis Kimia Tanah, Tanaman, Air, dan Pupuk yang diterbitkan tahun 2012. Laboratorium Kimia Tanah merupakan bagian dari Laboratorium Terpadu Balai Pengujian Standar Instrumen Tanah dan Pupuk selain Laboratorium Biologi, Laboratorium Fisika, dan Mineralogi Tanah. Laboratorium Penguji Balai Pengujian Standar Instrumen Tanah dan Pupuk telah terakreditasi oleh Komite Akreditasi Nasional (KAN), Badan Standardisasi Nasional (BSN) sebagai laboratorium penguji mulai tahun 2004 dengan No. LP-192-IDN. Dan saat ini nomer akreditasi menjadi LP-846-IDN.

Analisis tanah menghasilkan data pengukuran yang sangat bermanfaat bagi penelitian, perkembangan inovasi tingkat nasional, pengambil kebijakan dan layanan kepada stakeholder terkait lainnya melalui uji tanah. Uji tanah digunakan dalam penelitian kesuburan agar dapat memberikan rekomendasi pemupukan untuk perbaikan kesuburan tanah dan peningkatan hasil pertanian serta diperlukan untuk klasifikasi tanah dan evaluasi lahan. Analisis jaringan tanaman diperlukan untuk penelitian respon pemupukan, diagnosis penyakit yang disebabkan kekahatan atau keracunan unsur, dan rekomendasi pemupukan. Hasil analisis air dapat digunakan untuk penilaian kualitas air irigasi, tingkat erosi dan kuantitas pasokan atau intensitas pencucian hara dari suatu lahan. Analisis pupuk digunakan untuk uji mutu pupuk yang diperlukan dalam penelitian pertanian, pendaftaran izin edar dan pengawalan mutu pupuk yang akan dan telah terdistribusi oleh industri pupuk dan pengawasan.

Buku ini bermanfaat sebagai acuan penyusunan Instruksi Kerja dan juga dalam upaya penyebaran acuan analisa tanah, tanaman dan air bagi laboratorium pengujian lainnya di Indonesia. Laboratorium pengujian tanah, tanaman, air dan pupuk telah berdiri sejak 1905, dan juga menjadi laboratorium rujukan bagi uji analisis tanah, tanaman, air dan pupuk, maka sejak tahun 2005 menyediakan buku acuan dan pengawalan bagi laboratorium yang melaksanakan pengujian yang sama.

Kami menyadari bahwa buku ini belum sempurna, namun diharapkan dapat membantu laboratorium-laboratorium tanah, peneliti, mahasiswa dan pihak-pihak lain yang berkepentingan di dalam memenuhi kebutuhan metode analisis yang handal. Oleh karena itu, saran dan masukan sangat diharapkan.

Ucapan terima kasih disampaikan kepada penyusun dan semua pihak yang telah mendukung penyelesaian buku ini dengan baik, semoga dapat bermanfaat bagi para pembaca dan pengguna lainnya.

Bogor, Oktober 2023  
Kepala,

Dr. Ir. Ladiyani Retno Widowati, M.Sc.  
NIP. 19690303 199403 2 001

## DAFTAR ISI

<b>KATA PENGANTAR</b> .....	i
<b>DAFTAR ISI</b> .....	iii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	vi
<b>PENDAHULUAN</b> .....	1
<b>I. ANALISIS TANAH</b>	
1. Persiapan Contoh di Laboratorium .....	7
2. Penetapan Kadar Air Kering Mutlak .....	7
3. Penetapan pH Tanah .....	8
4. Penetapan Kemasaman Dapat Ditukar .....	9
5. Penetapan Tekstur 3 Fraksi .....	11
5.1. Penetapan Tekstur cara Pipet .....	11
5.2. Penetapan Tekstur cara Hidrometer .....	13
6. Penetapan P dan K Ekstrak HCl 25% .....	15
7. Penetapan Fosfor Tersedia Metode Olsen .....	17
8. Penetapan Fosfor Tersedia Metode Bray I .....	19
9. Penetapan Susunan Kation, Kapasitas Tukar Kation, dan Kejenuhan Basa dengan Ekstrak NH <sub>4</sub> OAc 1M, pH 7,0 .....	21
10. Penetapan Karbon Organik .....	26
11. Penetapan Nitrogen Kjeldahl .....	28
<b>II. ANALISIS TANAH KHUSUS DAN UJI TANAH</b>	
1. Penetapan pH NaF .....	35
2. Penetapan Gypsum .....	36
3. Penetapan Daya Hantar Listrik (Salinitas) .....	38
4. Penetapan Kemasaman Dapat Diekstrak (BaCl <sub>2</sub> – TEA) .....	39
5. Penetapan Erapan Fosfat .....	40
6. Penetapan Retensi Fosfat .....	42
7. Penetapan Fraksionasi Fosfor Anorganik .....	44
8. Penetapan Besi, Aluminium dan Mangan Ekstrak Dithionit Ditrat .....	47
9. Penetapan Besi, Aluminium dan Silikon Ekstrak Oksalat .....	48
10. Penetapan Besi dan Aluminium Ekstrak Natrium Pirofosfat .....	50
11. Penetapan Karbonat .....	52
12. Penetapan Hara Makro dan Mikro Ekstrak Morgan Wolf .....	53
13. Penetapan Unsur Makro dan Mikro Total cara pengabuan basah dengan campuran HNO <sub>3</sub> dan HClO <sub>4</sub> .....	59
14. Penetapan Logam Berat Total dalam Tanah .....	65
15. Penetapan Raksa dengan SSA cara Uap Dingin .....	68
16. Penetapan Logam As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida .....	71
17. Penetapan Ketersediaan Fe, Mn, Cu, dan Zn Ekstrak DTPA, .....	74
18. Penetapan Tekstur 10 Fraksi Metode Pipet .....	75

19. Penetapan Kemasaman Total Tanah	
Penetapan Kemasaman Aktual Total .....	80
Penetapan Kemasaman Potensial Total .....	81
20. Penetapan Kebutuhan Kapur .....	82
21. Penetapan Kadar C-Asam Humat dan Asam Fulvat Tanah Gambut	84
22. Penetapan Karbon Asam Humat dan Asam Fulvat Tanah Mineral ..	86
23. Penetapan Fosfor Ekstrak $\text{CaCl}_2$ 0,01 M .....	89
24. Penetapan Belerang Ekstrak $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ 500 ppm P .....	90
25. Penetapan Potensial Redoks ( $E_H$ ) Tanah.....	92
26. Penetapan Kadar Serat Gambut .....	94
27. Penetapan Kadar Abu.....	94
28. Penetapan Kadar Silikat Total.....	95
I. Silikat Kasar .....	95
II. Silikat Total .....	96
29. Penetapan Boron dan Molibdenum dengan Metode Air Panas .....	97

### III. ANALISIS JARINGAN/TANAMAN

1. Persiapan Contoh .....	101
2. Penetapan Kadar Air.....	101
3. Penetapan N Kjeldahl Cara Pengabuan Basah dengan $\text{H}_2\text{SO}_4$ .....	102
4. Penetapan Unsur Makro dan Mikro Cara Pengabuan Basah dengan $\text{HNO}_3$ dan $\text{HClO}_4$ .....	108
5. Penetapan Unsur Hara Makro Cara Pengabuan Basah dengan $\text{H}_2\text{SO}_4$ dan $\text{H}_2\text{O}_2$ .....	114
6. Penetapan Unsur Logam Berat Total Cara Pengabuan Basah dengan $\text{HNO}_3$ dan $\text{HClO}_4$ .....	118
7. Penetapan Raksa dengan SSA Cara Uap Dingin .....	122
8. Penetapan As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida.....	125
9. Penetapan Kadar Abu .....	128
10. Penetapan Kadar Silikat Total.....	129

### IV. ANALISIS AIR IRRIGASI

1. Persiapan Contoh.....	131
2. Penetapan Kadar Lumpur.....	131
3. Penetapan Daya Hantar Listrik .....	132
4. Penetapan pH .....	133
5. Penetapan Ca, Mg, K dan Na metode SSA.....	134
6. Penetapan Fe, Mn, Al, Cu dan Zn metode SSA.....	135
7. Penetapan Amonium Metode Biru Indofenol .....	137
8. Penetapan Fosfat Metode Biru Molibdat .....	139
9. Penetapan Karbonat dan Bikarbonat Metode Asidimetri .....	140
10. Penetapan Klorida Metode Argentometri .....	142
11. Penetapan Sulfat Metode Turbidimetri .....	143
12. Penetapan Nitrat Metode Brusin .....	144

13. Penetapan Nitrat Metode UV .....	146
14. Penetapan Boron Metode Azometin .....	147
15. Penetapan Logam Berat metode SSA .....	148
16. Penetapan Raksa Metode Uap Dingin.....	151
17. Penetapan As, Se, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida.....	152

## **V. ANALISIS PUPUK**

### **A. ANALISIS PUPUK ANORGANIK**

1. Persiapan Contoh .....	157
2. Penetapan Kadar Air .....	157
3. Penetapan Nitrogen .....	161
4. Penetapan Biuret.....	167
5. Penetapan Fosfor dan Kalium Total.....	170
6. Penetapan Kadar Fosfor dan Kalium Ekstrak Asam Sitrat 2% .....	172
7. Penetapan Kadar Fosfor dan Kalium Ekstrak Air.....	175
8. Penetapan Unsur Makro, Mikro dan Logam Berat Total .....	177
9. Penetapan Kadar Logam Berat Hg dengan SSA cara Uap Dingin .	183
10. Penetapan Kadar As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida.....	185
11. Penetapan Besar Butir (kehalusan) .....	188
12. Penetapan Asam Bebas Ekstrak Air.....	190
13. Penetapan Asam Bebas Ekstrak Aseton.....	191
14. Penetapan Belerang .....	192
15. Penetapan Silikat .....	194
16. Penetapan Klor .....	195
17. Penetapan Daya Netralisasi Kapur.....	196

### **B. ANALISIS PUPUK ORGANIK**

1. Persiapan Contoh dan Kadar Bahan Ikutan .....	198
2. Penetapan Kadar Air.....	199
3. Penetapan pH.....	199
4. Penetapan Kadar Abu .....	200
5. Penetapan Kadar N Total.....	201
6. Penetapan Kadar Karbon Organik (Walkley & Black) .....	204
7. Penetapan Unsur Makro dan Mikro Total.....	205
8. Penetapan Total Logam Berat .....	211
9. Penetapan Raksa dengan SSA Cara Uap Dingin .....	213
10. Penetapan As, Se, Sn, Sb dan Bidengan SSA Sistem Hidrida.....	215
11. Penetapan Kapasitas Tukar Kation Dengan Cara Destilasi .....	219
12. Penetapan Karbon Asam Humat dan Asam Fulfat Pupuk Organik Padat .....	221
13. Penetapan Karbon Asam Humat dan Asam Fulfat Pupuk Organik Cair .....	223

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Kondisi alat untuk pengukuran unsur-unsur .....	228
Lampiran 2. Pedoman penyajian laporan hasil analisis .....	231
Lampiran 3. Kriteria penilaian hasil analisis tanah .....	234
Lampiran 4. Segitiga tekstur .....	236
Lampiran 5. Persyaratan logam berat dalam tanah dan tanaman .....	237
Lampiran 6. Persyaratan kualitas air baku .....	238
Lampiran 7. Definisi dan syarat mutu beberapa pupuk yang penting .....	239

## PENDAHULUAN

### Latar belakang

Seiring dengan kemajuan sistem pertanian di negara kita, maka berkembang pula laboratorium-laboratorium tanah di daerah-daerah sebagai pendukungnya. Pengoperasian laboratorium-laboratorium ini memerlukan prosedur analisis yang handal. Balai Penelitian Tanah ketika bernama Lembaga Penelitian Tanah telah menerbitkan buku-buku prosedur analisis, yaitu Penuntun Analisa Tanah (Sudjadi et al., 1971), Metode Analisa Air Irigasi (Sudjadi dan Widjik, 1972) dan Penuntun Analisa Tanaman (Lembaga Penelitian Tanah, 1978). Prosedur-prosedur analisis dalam buku-buku ini digunakan di Laboratorium Kimia yang pada waktu itu bernama Laboratorium Kesuburan Tanah, Lembaga Penelitian Tanah. Prosedur-prosedur ini berkembang terus sesuai dengan tuntutan peralatan dan metode yang baru yang lebih baik, serta disesuaikan dengan kebutuhan pengguna jasa. Pada saat ini hampir seluruh peralatan yang digunakan telah diganti dengan peralatan yang lebih canggih.

Buku ini merupakan edisi perbaikan dan perluasan dari Petunjuk Teknis Analisis Tanah, Tanaman, Air dan Pupuk yang diterbitkan oleh Balai Penelitian Tanah pada tahun 2012. Semua metode yang ditulis digunakan untuk melaksanakan analisis tanah, tanaman, air irigasi dan pupuk di Laboratorium Kimia Tanah, Balai Pengujian Standar Instrumen Tanah dan Pupuk. Pada umumnya metode-metode analisis di dalam buku ini telah digunakan dalam pelatihan-pelatihan dan magang analisis personil laboratorium dari instansi pemerintah pusat maupun daerah, perguruan tinggi, perusahaan swasta, dan praktek lapang pelajar dan mahasiswa, serta kegiatan uji silang hasil analisis antar laboratorium tanah secara nasional. Dengan demikian prosedur-prosedur yang disajikan sebenarnya telah digunakan oleh hampir semua laboratorium tanah di Indonesia. Petunjuk teknis ini tetap merangkum prosedur analisis rutin untuk tanah, tanaman dan air irigasi ditambah dengan prosedur analisis pupuk dalam satu buku, namun pengambilan contoh tidak dimasukkan dalam buku ini.

Prosedur analisis tanah dalam petunjuk teknis ini memberikan metode analisis yang biasa digunakan sekarang. Beberapa jenis analisis baru ditambahkan, yaitu penetapan ion nitrat dengan metode UV-spektrometri yang sederhana sebagai alternatif dari metode Brusin-spektrometri. Analisis total untuk pengukuran logam berat ditambah metode Uap Dingin untuk pengukuran raksa (Hg) dan metode Hidrida untuk arsen (As), selenium (Se) dan unsur-unsur hidrida lainnya. Penetapan tekstur cara pipet yang semula hanya untuk tiga fraksi ditambah dengan 10 fraksi. Buku ini dilengkapi pula dengan analisis khusus dan uji tanah yang biasa dilakukan di laboratorium kimia. Penambahan metode humat untuk tanah gambut, metode destruksi mikrowave, analisis N menggunakan *Continuous Flow Analyzer*, pengujian Boron dan Molibden ekstrak air panas.

Semua unsur logam dalam ekstrak yang dihasilkan diukur dengan alat spektrofotometer serapan atom (SSA), kalium dan natrium diukur pula menggunakan cara emisi selain cara absorpsi yang biasa. Fotometer nyala sudah tidak digunakan lagi dalam pengukuran. Kepekaan alat yang ada sekarang ini tidak sesuai untuk keperluan



laboratorium tanah. Analisis pupuk disesuaikan dengan prosedur dalam SNI (Standar Nasional Indonesia) terbaru bagi pupuk yang sudah memiliki SNI sisanya mengacu ke pustaka-pustaka yang tersedia.

### **Pengawasan mutu**

Sumber kesalahan analisis yang mungkin terjadi di laboratorium antara lain: a. Bahan kimia yang tidak murni atau telah mengalami kontaminasi; b. Pelaksana analisis yang kurang teliti mengikuti cara kerja analisis; c. Kerusakan alat pengukuran; d. Kontaminasi dari peralatan gelas yang kurang bersih; e. Prosedur analisis yang tidak valid; f. Kesalahan perhitungan.

Kesalahan karena bahan kimia yang tidak murni dapat dihindarkan dengan mengoreksi hasil penetapan contoh dengan hasil penetapan blanko. Penetapan blanko ialah penetapan tanpa contoh dengan penggunaan jenis dan jumlah bahan kimia serta pengerjaan yang sama dengan penetapan contoh. Hasil pengukuran blanko menunjukkan mutu bahan kimia yang digunakan. Blanko harus selalu disertakan pada setiap kali melakukan analisis. Mutu air demineralisasi yang digunakan harus dipantau minimal sekali setiap minggu. Air demineralisasi yang dapat digunakan memiliki nilai daya hantar listrik  $< 5 \mu\text{S cm}^{-1}$  untuk hasil analisis dengan satuan paling rendah ppm. Untuk analisis logam berat hingga tingkat ppb, diperlukan air dengan daya hantar listrik hingga  $0,1 \mu\text{S cm}^{-1}$ .

Kesalahan dari pelaksana analisis dapat ditunjukkan dari penetapan duplo. Penetapan duplo ialah penetapan dua ulangan untuk satu contoh. Hasil yang diperoleh dari kedua ulangan tersebut memperlihatkan ketelitian pelaksana analisis. Makin kecil perbedaan kedua ulangan tersebut makin baik cara kerja analisis tersebut. Dengan cara ini kesalahan dari pelaksana analisis dapat terdeteksi dan ketelitian kerjanya dapat ditingkatkan dimasa yang akan datang. Dalam satu seri pengerjaan analisis, beberapa contoh harus ada duplonya.

Kesalahan dari kerusakan alat pengukuran dapat dilihat dari hasil penetapan contoh standar (contoh referensi). Penetapan contoh standar adalah penetapan yang dilakukan terhadap contoh yang telah diketahui komposisinya. Contoh standar ini dapat disediakan sendiri (internal standar). Standar tanah disediakan dengan mengambil beberapa contoh dari jenis tanah berbeda dengan nilai parameter dari rendah sampai tinggi. Standar tanaman juga dapat disiapkan dari beberapa jenis tanaman, demikian pula standar pupuk. Contoh-contoh standar tanah, tanaman dan pupuk disimpan dalam botol plastik tertutup yang kedap udara dan disimpan di ruangan kering dan dingin (ruang ber-AC). Standar air agak jarang dilakukan mengingat sifatnya yang tidak stabil. Standar air dapat disediakan dengan melakukan pengawetan, misalnya pengasaman hingga  $\text{pH} < 2$  dan disimpan dalam refrigerator. Namun demikian tetap perlu diperhatikan, bahwa kestabilan setiap unsur dalam contoh air berbeda. Nitrat dan amonium hanya tahan disimpan 2 hari hingga 1 minggu, karbonat hingga 2 minggu, fosfat hingga 1 bulan, logam-logam secara umum tahan disimpan hingga 6 bulan (*American Public Health Association*, 1998). Masing-masing contoh standar disediakan dengan jumlah cukup banyak agar dapat digunakan beberapa tahun. Contoh-contoh standar dianalisis beberapa

kali sampai mendapatkan hasil rata-rata. Contoh standar selalu disertakan dalam setiap kali analisis bersama-sama contoh. Kumpulan nilai contoh standar dapat digunakan untuk menghitung simpangan baku relatif setiap parameter analisis. Jika terjadi penyimpangan hasil dari contoh standar terhadap rata-ratanya (misalnya berbeda dua kali simpangan baku) ketika diikutsertakan pada penetapan contoh maka alat pengukuran perlu dicurigai.

Kontaminasi dari peralatan gelas karena cara pencuciannya yang kurang bersih menimbulkan kesalahan acak yang sulit diketahui. Karenanya perlu diperhatikan agar alat gelas benar-benar bersih. Peralatan gelas dibersihkan dengan membilasnya menggunakan air keran terlebih dahulu segera setelah selesai dipakai dan kemudian merendamnya dalam larutan deterjen bebas fosfor 2% atau larutan HCl 6% beberapa jam hingga maksimum 24 jam. Selanjutnya, alat gelas dicuci dengan air keran hingga sisa larutan perendam benar-benar hilang dan kemudian dibilas tiga kali menggunakan air bebas ion. Peralatan disimpan pada tempat yang bersih dengan posisi sedemikian rupa sehingga memungkinkan sisa air bilasan terdrainase. Selanjutnya dapat dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C. Oven juga harus bersih dari sisa-sisa bahan kimia atau kontaminan lainnya.

Prosedur analisis yang digunakan dipilih yang valid. Validasi prosedur dapat dilakukan antara lain dengan mengevaluasi linieritas deret standar, limit deteksi, keterulangan (*repeatability*) dan perolehan kembali (*recovery*). Semuanya dilakukan minimal dengan tujuh ulangan. Metode yang baik memiliki linieritas deret standar dengan nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) minimal 0,99. Limit deteksi dihitung sebagai nilai rata-rata konsentrasi analit yang sesuai dengan blanko contoh ditambah tiga kali simpangan baku. Keterulangan dinyatakan dalam simpangan baku relatif (%). Nilai ini bertambah besar dengan menurunnya konsentrasi analit. Metode yang baik memiliki keterulangan dengan nilai simpangan baku relatif (% SBR) lebih kecil dari nilai  $2/3 \times \% \text{ SBR Horwitz}$  yang dihitung dengan rumus,  $\text{SBR}_{\text{Horwitz}} (\%) = 2^{(1 - 0,5 \log C)}$ , dimana C adalah fraksi konsentrasi (contohnya, 1% = 0,01; 1 ppm = 0,000001, dan seterusnya). Nilai-nilai SBR (%) yang dihitung dari beberapa satuan konsentrasi analit dapat dilihat pada Tabel 1. Uji perolehan kembali dilakukan melalui analisis contoh dengan *spiking* (penambahan contoh dengan analit yang diketahui jumlahnya). Analit yang ditambahkan biasanya sekitar 50 hingga 100% dari kadar analit dalam contoh. Nilai perolehan kembali (%) dapat dihitung dari  $\{( \text{konsentrasi contoh spike} - \text{contoh asal} ) / \text{konsentrasi spike} \} \times 100\%$ . Metode yang baik memberikan nilai perolehan kembali sekitar 90-110 % hingga 95-105%.

Tabel 1. Rekomendasi maksimum simpangan baku relatif dari keterulangan yang dapat diterima pada konsentrasi analit yang berbeda

Konsentrasi analit	Maksimum simpangan baku relatif
	%
500 g kg <sup>-1</sup>	1
100 g kg <sup>-1</sup>	2
10 g kg <sup>-1</sup>	3
1 g kg <sup>-1</sup>	4
100 mg kg <sup>-1</sup>	5
10 mg kg <sup>-1</sup>	7
1 mg kg <sup>-1</sup>	11
100 µg kg <sup>-1</sup>	15
10 µg kg <sup>-1</sup>	21
1 µg kg <sup>-1</sup>	30
0,1 µg kg <sup>-1</sup>	43

Tabel 2. Nilai *Recovery* (perolehan kembali) dari beberapa konsentrasi analit

Analit (%)	Konsentrasi (C)	Unit	% <i>Recovery</i>
100	1	100 %	98 - 102
10	10 <sup>-1</sup>	10 %	
1	10 <sup>-2</sup>	1 %	97 – 103
0,1	10 <sup>-3</sup>	0,1 %	95 – 105
0,01	10 <sup>-4</sup>	100 ppm (mg/kg)	90 - 107
0,001	10 <sup>-5</sup>	10 ppm (mg/kg)	
0,0001	10 <sup>-6</sup>	1 ppm (mg/kg)	80 - 110
0,00001	10 <sup>-7</sup>	100 ppb (µg/kg)	
0,000001	10 <sup>-8</sup>	10 ppb (µg/kg)	60 - 115
0,0000001	10 <sup>-9</sup>	1 ppb (µg/kg)	40 - 120

Kesalahan perhitungan berakibat fatal. Kesalahan ini meliputi kesalahan faktor-faktor pengali/pembagi seperti faktor pengenceran, penimbangan, dan konversi bentuk unsur/senyawa, misalnya konversi  $PO_4$  ke  $P_2O_5$ . Unit ukuran yang digunakan dalam penyajian juga sering menimbulkan kesalahan. Oleh karena itu dalam menghitung hasil analisis perlu diperhatikan satuan yang akan digunakan dan penguasaan metode analisis itu sendiri. Metode titrasi akan memerlukan cara perhitungan yang berbeda dengan metode spektrofotometri. Hasil analisis tanah dan tanaman disajikan atas dasar contoh kering  $105^\circ C$  (kecuali pH), sedangkan contoh yang dianalisis adalah contoh kering udara. Oleh karena itu perhitungan hasil analisis perlu dikalikan faktor koreksi kadar air, yaitu bobot contoh kering udara dibagi bobot contoh kering  $105^\circ C$ .

Monitoring terhadap metode yang sudah divalidasi yang digunakan secara rutin di laboratorium adalah hal penting yang perlu diperhatikan. Analisis yang cakap harus memonitor metode secara terus menerus sesuai dengan hasil yang diperoleh saat validasi/verifikasi. Untuk menjamin limit kuantifikasi, ketepatan dan ketelitiannya agar tidak berubah monitoring dilakukan terhadap ketepatan dan ketelitian metode, perubahan kondisi pengujian, metode yang mengalami sedikit modifikasi, metode uji dengan matriks baru (mengecek spesifikasi, ketepatan dan ketelitiannya), penggunaan bahan kimia dan instrumen baru, analisis baru.

Akhirnya untuk menjaga agar mutu data yang dihasilkan laboratorium selalu baik dan setiap kesalahan dapat segera terdeteksi, disamping cara-cara tersebut di atas laboratorium perlu membandingkan data yang dihasilkannya dengan data laboratorium lain. Laboratorium Kimia Tanah Balai Pengujian Standar Instrumen Tanah dan Pupuk menjadi anggota dari program uji silang Tanah yaitu program *EANET (Acid Deposition Monitoring Network in East Asia)*, *ASPAC (The Australian Soil and Plant Analysis Council)*, *SEALNET (South-East Asia Laboratory Network)* dan *FFTC (Food and Fertilizer Technology Center-Taiwan)*.

Selain itu Balai Pengujian Standar Instrumen Tanah dan Pupuk juga mengkoordinasikan program uji silang analisis tanah, tanaman dan pupuk organik secara nasional yang pada saat ini beranggotakan lebih dari delapan puluh laboratorium tanah dan pupuk yang tersebar di seluruh Indonesia. Terhitung sejak tanggal 30 Januari 2023 Balai Penelitian Tanah berubah nomenklatur menjadi Balai Pengujian Standar Instrumen Tanah dan Pupuk, selanjutnya bertindak sebagai penyelenggara uji profesiensi terakreditasi dengan nomor PUP-30-IDN,. Program yang terakhir ini merupakan bagian dari program uji profesiensi Komite Akreditasi Nasional yang dipersyaratkan bagi laboratorium tanah yang telah dan akan diakreditasi.

## I. ANALISIS TANAH

### 1. Persiapan Contoh di Laboratorium

#### 1.1 Pencatatan contoh

Contoh dari lapangan yang disertai dengan surat permintaan analisis, yang berisi daftar contoh dan jenis analisis yang diperlukan, diterima oleh administrasi laboratorium. Dalam buku administrasi dicatat nomor permintaan analisis, jumlah dan nomor contoh. Untuk setiap contoh dibuat nomor laboratorium yang ditulis pula pada label karton. Administrasi laboratorium juga membuat laporan hasil analisis yang telah selesai dikerjakan. Surat permintaan dan daftar hasil analisis didokumentasikan.

#### 1.2 Pengeringan

- Contoh disebarakan di atas tampah yang dialasi kertas sampul. Label karton yang berisi nomor laboratorium contoh diselipkan di bawah kertas.
- Akar-akar atau sisa tanaman segar, kerikil dan kotoran lain dibuang.
- Bongkahan besar dikecilkan dengan tangan.
- Simpan pada rak di ruangan khusus bebas kontaminan yang terlindung dari sinar matahari atau dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 40°C hingga tanah kering (1-3 hari tergantung kondisi tanah dan tanah bisa ditumbuk/ dihaluskan).

#### 1.3 Penumbukan/pengayakan

Siapkan contoh-contoh tanah dengan ukuran partikel <2 mm dan <0,5 mm dengan cara sebagai berikut:

- Contoh ditumbuk pada lumpang porselen atau mesin giling dan diayak dengan ayakan dengan ukuran lubang 2 mm.
- Simpan dalam botol yang sudah diberi nomor contoh.
- Contoh <0,5 mm diambil dari contoh <2 mm, digerus atau digiling dan diayak seluruhnya dengan ayakan 0,5 mm.

Lumpang, ayakan dan alat-alat lainnya harus segera dibersihkan sebelum dipakai untuk contoh berikutnya.

#### 1.4 Penyimpanan

Simpan contoh yang akan dianalisis di ruang contoh yang dekat dengan ruang timbang. Setelah selesai dianalisis disimpan dalam gudang penyimpanan contoh untuk jangka waktu tertentu agar memudahkan bila diperlukan pengulangan analisis.

### 2. Penetapan Kadar Air Kering Mutlak

#### 2.1 Dasar penetapan

Contoh tanah dipanaskan pada suhu 105°C selama 3 jam untuk menghilangkan air. Kadar air dari contoh diketahui dari perbedaan bobot contoh sebelum dan setelah dikeringkan. Faktor koreksi kelembapan dihitung dari kadar air contoh.

## 2.2 Alat-alat

- Piringan aluminium
- Penjepit tahan karat
- Oven
- Eksikator
- Neraca analitik ketelitian tiga desimal

## 2.3 Cara kerja

Timbang 5,000 g contoh tanah kering udara dalam piringan aluminium yang telah diketahui bobotnya. Keringkan dalam oven pada suhu  $105^{\circ}\text{C} \pm 1,8$  selama 3 jam. Angkat piringan dengan penjepit dan masukkan ke dalam eksikator. Setelah contoh dingin kemudian ditimbang. Bobot yang hilang adalah bobot air.

## 2.4 Perhitungan

Kadar air (%) = (kehilangan bobot / bobot contoh) x 100

Faktor koreksi kadar air (fk) =  $100 / (100 - \text{kadar air})$

## DAFTAR ACUAN

- ISRIC. 2002. Procedures for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.) 6<sup>th</sup> ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands. p. 2-1.
- Rayment G.E dan F.R. Higginson. 1992. *Australian Soil and Land Survey Handbook* Volume 3. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australia. p.10-11
- Sudjadi, M., I.M., Widjik S., dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 166.
- Suranta, I.M Widjik dan A. Hardjono. 1999. Metode Analisis Tanah. Laboratorium Tanah dan Daun PT. Astra Agro Lestari Tbk. Jakarta. p. 5.

## 3. Penetapan pH Tanah

### 3.1 Dasar penetapan

Nilai pH menunjukkan konsentrasi ion  $\text{H}^+$  dalam larutan tanah, yang dinyatakan sebagai  $-\log[\text{H}^+]$ . Peningkatan konsentrasi  $\text{H}^+$  menaikkan potensial larutan yang diukur oleh alat dan dikonversi dalam skala pH. Elektrode gelas merupakan elektrode selektif khusus  $\text{H}^+$ , hingga memungkinkan untuk hanya mengukur potensial yang disebabkan kenaikan konsentrasi  $\text{H}^+$ . Potensial yang timbul diukur berdasarkan potensial elektrode pembanding (kalomel atau  $\text{AgCl}$ ). Biasanya digunakan satu elektrode yang sudah terdiri atas elektrode pembanding dan elektrode gelas (elektrode kombinasi).

Konsentrasi  $\text{H}^+$  yang diekstrak dengan air menyatakan kemasaman aktif (aktual) sedangkan pengestrak  $\text{KCl}$  1 M menyatakan kemasaman cadangan (potensial).

### 3.2 Alat-alat

- Botol kocok 100 ml
- Dispenser 50 ml/gelas ukur
- Mesin pengocok
- Labu semprot 500 ml
- pH meter

### 3.3 Pereaksi

- Larutan buffer pH 7,0 dan pH 4,0
- KCl 1 M  
Larutkan 74,5 g KCl p.a. dengan air bebas ion hingga 1 l.

### 3.4 Cara kerja

Timbang 10,00 g contoh tanah sebanyak dua kali, masing-masing dimasukkan ke dalam botol kocok, ditambah 50 ml air bebas ion ke botol yang satu (pH H<sub>2</sub>O) 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 sanga pH 7,0 dan pH 4,0. Laporkan nilai pH dalam satu desimal.

*Catatan:*

- Prosedur di atas menggunakan rasio tanah : pengekstrak sebesar 1:5
- Rasio dapat berubah sesuai jenis contoh dan permintaan

## DAFTAR ACUAN

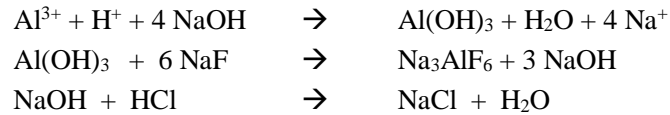
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1.Chapter 2. 2.8.01 Method 929.02. AOAC International, Maryland, USA. p. 74-75
- ISRIC. 2002. Procedures for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.) 6<sup>th</sup> ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands. p.4-I.
- Rayment G.E dan F.R. Higginson. 1992. *Australian Soil and Land Survey Handbook* Volume 3. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australia. p. 17-18.
- Sudjadi, M., I.M. Widjik S., dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.
- Suranta, I.M Widjik dan A. Hardjono. 1999. Metode Analisis Tanah. Laboratorium Tanah dan Daun PT. Astra Agro Lestari Tbk. Jakarta.

## 4. Penetapan Kemasaman Dapat Ditukar

### 4.1 Dasar penetapan

Kemasaman dapat ditukar terdiri atas Al<sup>3+</sup> dan H<sup>+</sup> yang dijerap pada koloid tanah. Al<sup>3+</sup> dan H<sup>+</sup> ini dapat ditukar oleh K<sup>+</sup> dari pengekstrak KCl 1 M, sehingga masuk ke dalam larutan. Al<sup>3+</sup> dan H<sup>+</sup> dalam larutan dapat dititar dengan larutan NaOH baku

menghasilkan endapan  $\text{Al(OH)}_3$  dan air. Untuk penetapan Al-dd,  $\text{Al(OH)}_3$  direaksikan dengan NaF yang menghasilkan  $\text{OH}^-$  yang dapat dititar dengan larutan HCl baku. Reaksinya sebagai berikut:



#### 4.2 Alat-alat

- Neraca analitik
- Buret 10 ml
- Mesin kocok
- Botol kocok 100 ml
- Erlenmeyer 50 ml
- Sentrifuse atau kertas saring
- Dispenser 50 ml
- Pipet 10 ml

#### 4.3 Pereaksi

- KCl 1M  
Timbang 74,6 g KCl, dilarutkan dengan air bebas ion dalam labu ukur 1 l, kemudian diimpitkan.
- Penunjuk phenolphtalin (pp) 0,1%  
Larutkan 100 mg phenolphtalin dalam 100 ml etanol 96%.
- NaF 4%  
Dilarutkan 40 g NaF dengan air bebas ion dalam labu ukur 1 l, kemudian diimpitkan.
- Larutan baku NaOH 0,020N  
Pipet 20 ml NaOH 1N (Titrisol), diencerkan dan diimpitkan dengan air bebas ion dalam labu ukur 1 l. Tetapkan normalitas larutan ini dengan larutan baku HCl 0,020 N setiap kali digunakan.
- Larutan baku HCl 0,020 N  
Pipet 20 ml HCl 1N (Titrisol), diencerkan dan diimpitkan dengan air bebas ion dalam labu ukur 1 l.

#### 4.4 Cara kerja

Timbang 5,00 g tanah <2 mm ke dalam botol kocok 100 ml, ditambah 50 ml KCl 1M. Campuran dikocok dengan mesin kocok selama 30 menit kemudian disaring atau disentrifuse. Ekstrak jernih dipipet 10 ml ke dalam erlenmeyer, dibubuhi penunjuk PP kemudian dititar dengan larutan NaOH baku sampai warna merah jambu (T1). Tambahkan sedikit larutan baku HCl agar warna merah jambu tepat hilang. Tambah 2 ml NaF 4% (warna ekstrak akan merah kembali). Kemudian dititar dengan larutan baku HCl sampai warna merah tepat hilang (T2). Kerjakan analisis blanko.



## 4.5 Perhitungan

### Kemasaman dapat ditukar (dd)

$$\begin{aligned} \text{Al-dd dan H-dd (cmol(+)kg}^{-1}) &= (T_1 - T_{b1}) \times N \text{ NaOH} \times 50/10 \times 1000/5 \times 10^{-1} \times \text{fk} \\ &= (T_1 - T_{b1}) \times N \text{ NaOH} \times 100 \times \text{fk} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Al-dd (cmol(+)kg}^{-1}) &= (T_2 - T_{b2}) \times N \text{ HCl} \times 50/10 \times 1000/5 \times 10^{-1} \times \text{fk} \\ &= (T_2 - T_{b2}) \times N \text{ HCl} \times 100 \times \text{fk} \end{aligned}$$

$$\text{H-dd (cmol(+)kg}^{-1}) = \text{kemasaman-dd} - \text{Al-dd}$$

### Keterangan:

$T_{b1}$	=	blanko pada T1
$T_{b2}$	=	blanko pada T2
N HCl	=	normalitas HCl
N NaOH	=	normalitas NaOH
50/10	=	konversi dari 10 ml ke 50 ml ekstrak
1000/5	=	konversi dari 5 g ke kg contoh
$10^{-1}$	=	konversi mmol (+) ke cmol (+)
Faktor koreksi kadar air (fk)	=	$100 / (100 - \% \text{ kadar air})$
dd	=	dapar ditukar

### Catatan:

Satuan  $\text{cmol(+)kg}^{-1}$  setara dengan  $\text{m.e.} 100 \text{ g}^{-1}$

## DAFTAR ACUAN

- ISRIC. 2002. Procedures for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.) 6<sup>th</sup> ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands. p. 11-I.
- Sudjadi, M., I.M. Widjik S., dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.
- Suranta, I.M Widjik dan A. Hardjono. 1999. Metode Analisis Tanah. Laboratorium Tanah dan Daun PT. Astra Agro Lestari Tbk. Jakarta. hal. 42-44.

## 5. Penetapan Tekstur 3 Fraksi

### 5.1 Penetapan tekstur cara pipet

#### 5.1.1 Dasar penetapan

Bahan organik dioksidasi dengan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan garam garam yang mudah larut dihilangkan dari tanah dengan HCl sambil dipanaskan. Bahan yang tersisa adalah mineral yang terdiri atas pasir, debu, dan liat.

Pasir dapat dipisahkan dengan cara pengayakan basah, sedangkan debu dan liat dipisahkan dengan cara pengendapan yang didasarkan pada hukum Stoke.

#### 5.1.2. Alat-alat

- Piala gelas 1000 ml
- Penyaring Berkefeld

- Ayakan 50 mikron
- Gelas ukur 500 ml
- Pipet 20 ml
- Pinggan aluminium
- Dispenser 50 ml
- Gelas ukur 200 ml
- *Stop watch*
- Oven berkipas
- Pemanas listrik
- Neraca analitik ketelitian empat desimal

### 5.1.3 Pereaksi

- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%
- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 10%  
H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% diencerkan tiga kali dengan air bebas ion.
- HCl 2N  
Encerkan 170 ml HCl 37% teknis dengan air bebas ion dan diimpitkan hingga 1 l.
- Larutan Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 4%  
Larutkan 40 g Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>·10 H<sub>2</sub>O dengan H<sub>2</sub>O dan diimpitkan hingga 1 l.

### 5.1.4. Cara kerja

Timbang 10,000 g contoh tanah < 2 mm, dimasukkan ke dalam piala gelas 1000 ml, ditambah 50 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 10% kemudian dibiarkan semalam. Keesokan harinya ditambah 25 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%, dipanaskan sampai tidak berbusa, selanjutnya ditambahkan 180 ml air bebas ion dan 20 ml HCl 2N. Dididihkan di atas pemanas listrik selama lebih kurang 15 menit. Angkat dan setelah agak dingin diencerkan dengan air bebas ion menjadi 1000 ml. Dicuci dengan air bebas ion menggunakan penyaring Berkefield atau dienap-tuangkan sampai bebas asam, kemudian ditambah 10 ml larutan peptisator Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 4%.

#### *Pemisahan pasir*

Suspensi tanah yang telah diberi peptisator diayak dengan ayakan 50 mikron sambil dicuci dengan air bebas ion. Filtrat ditampung dalam silinder 500 ml untuk pemisahan debu dan liat. Butiran yang tertahan ayakan dipindahkan ke dalam pinggan aluminium yang telah diketahui bobotnya dengan air bebas ion menggunakan botol semprot. Keringkan (hingga bebas air) dalam oven pada suhu 105°C, didinginkan dalam eksikator dan ditimbang (berat pasir = A g).

#### *Pemisahan debu dan liat*

Filtrat dalam silinder diencerkan menjadi 500 ml, diaduk selama 1 menit dan segera dipipet sebanyak 20 ml ke dalam pinggan aluminium. Filtrat dikeringkan pada suhu 105°C (biasanya 1 malam), didinginkan dalam eksikator dan ditimbang (berat debu + liat + peptisator = B g).

Untuk pemisahan liat diaduk lagi selama 1 menit lalu dibiarkan selama 3 jam 30 menit pada suhu kamar. Suspensi liat dipipet sebanyak 20 ml pada ke dalaman 5,2 cm dari permukaan cairan dan dimasukkan ke dalam pinggan aluminium. Suspensi liat dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C, didinginkan dalam eksikator dan ditimbang (berat liat + peptisator = C g).

Catatan:

Bobot peptisator pada pipet 20 ml berdasarkan penghitungan adalah 0,0095 g. Bobot ini dapat pula ditentukan dengan menggunakan blanko. Angka 25 adalah faktor yang dikonversikan dalam 500 ml dari pipet 20 ml.

### 5.1.5 Perhitungan

$$\begin{aligned}\text{Fraksi pasir} &= A \text{ g} \\ \text{Fraksi debu} &= 25 (B - C) \text{ g} \\ \text{Fraksi liat} &= 25 (C - 0,0095) \text{ g} \\ \text{Jumlah fraksi} &= A + 25 (B - 0,0095) \text{ g} \\ \text{Pasir (\%)} &= A / \{A + 25 (B - 0,0095)\} \times 100 \\ \text{Debu (\%)} &= \{25(B - C)\} / \{A + 25 (B - 0,0095)\} \times 100 \\ \text{Liat (\%)} &= \{25 (C - 0,0095)\} / \{A + 25 (B - 0,0095)\} \times 100\end{aligned}$$

#### Keterangan

A	= berat pasir
B	= berat debu + liat + peptisator
C	= berat liat + peptisator
100	= konversi ke %

### DAFTAR ACUAN

- Sudjadi, M., I.M. Widjik S., dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 166 hlm.
- Suranta, I.M Widjik dan A. Hardjono. 1999. Metode Analisis Tanah. Laboratorium Tanah dan Daun PT. Astra Agro Lestari Tbk. Jakarta. hal. 9-11.

## 5.2 Penetapan Tekstur cara Hidrometer

### 5.2.1 Dasar penetapan

Penetapan tekstur cara hidrometer berdasarkan pengukuran berat jenis (BJ) suspensi tanah. Kadar butiran tanah dapat diketahui dari selisih BJ suspensi dengan BJ cairan media. Hidrometer yang digunakan dibuat khusus untuk pengukuran BJ suspensi tanah. Hidrometer tipe 152 H memiliki pembagian skala yang dibuat langsung dalam satuan kadar partikel  $\text{g l}^{-1}$ .

### 5.2.2. Alat-alat

- Mesin pengaduk khusus dengan piala logam
- Silinder sedimentasi atau gelas ukur 500 ml.
- Pengaduk khusus untuk suspensi

- Alat hidrometer tanah tipe 152 H
- Timer atau *stopwatch*.

### 5.2.3 Perekasi

- Larutan pendispersi natrium pirofosfat 4%
- Larutkan 40 g  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  dengan air bebas ion dan diimpitkan hingga 1l.

### 5.2.4. Cara kerja

Dalam piala gelas 100 ml ditimbang 25,00 g contoh tanah halus  $<2$  mm ditambahkan 10 ml larutan pendispersi natrium pirofosfat. Dipindahkan ke dalam piala logam dan diencerkan dengan air bebas ion sampai isi 200 ml. Diaduk dengan mesin pengaduk kecepatan tinggi selama 5 menit. Setelah itu semuanya dipindahkan ke dalam gelas ukur 500 ml (lakukan pembilasan), diencerkan dengan air bebas ion sampai isi 500 ml, diaduk dengan pengaduk khusus dan dibiarkan semalam. Buat penetapan blanko (perekasi tanpa contoh).

Catatan: Bila mesin pengaduk tidak tersedia, timbang contoh ke dalam botol kocok, tambahkan larutan pendispersi dan kocok dengan mesin kocok selama 1 malam. Pindahkan seluruh suspensi ke dalam gelas ukur 500 ml dan cara kerja selanjutnya sama.

#### *Pengukuran fraksi campuran debu+ liat*

Keesokan harinya setiap suspensi tanah dalam gelas ukur diaduk selama 30 detik dengan pengaduk. Setelah itu *stopwatch* disiapkan untuk pengukuran fraksi campuran debu dan liat. Suspensi dikocok homogen dengan pengaduk (cukup 20 detik) setelah itu hidrometer tanah segera dimasukkan ke dalam suspensi dengan perlahan dan hati-hati. Tepat 40 detik setelah pengocokan, angka skala hidrometer yang berimpit dengan permukaan suspensi dicatat (pembacaan 1). Angka tersebut menunjukkan jumlah g fraksi campuran debu+liat per liter suspensi. Larutan blanko juga diukur untuk koreksi suhu fraksi debu+liat.

#### *Pengukuran fraksi liat*

Suspensi tersebut dibiarkan selama 2 jam agar diperoleh suspensi liat dan segera diukur dengan alat hidrometer. Angka skala hidrometer yang berimpit dengan permukaan suspensi dicatat (pembacaan 2). Angka tersebut adalah jumlah g fraksi liat dalam 1 l suspensi. Larutan blanko juga diukur untuk koreksi suhu fraksi liat.

### 5.2.5. Perhitungan

Selain koreksi kadar air, bahan organik dalam contoh perlu dikoreksi supaya fraksi pasir yang dihitung lebih mendekati kebenaran. Dari hasil pengukuran pada pembacaan 1 diperoleh fraksi campuran debu - liat = A g/l dan blanko = a g/l, sedangkan pada pembacaan 2 diperoleh fraksi liat = B g/l dan blankonya = b g/l. Diketahui bahwa persen bahan organik = C (% C-organik x 1,724) dan faktor koreksi kelembapan (faktor koreksi kadar air) = fk.

Dalam 25 g tanah kering udara terdapat:

$$\begin{aligned}\text{Tanah kering } 105^{\circ}\text{C} &= (25/\text{fk}) \text{ g} \\ \text{Bahan organik} &= (25\text{C}/100) \text{ g} \\ \text{Pasir + debu + liat} &= (25/\text{fk}) - (25\text{C}/100) \text{ g} \\ \text{Liat} &= \{(B - b)/2\} \text{ g} \\ \text{Debu} &= \{(A - a)/2 - (B - b)/2\} \text{ g} \\ \text{Pasir} &= (25/\text{Fk}) - (25\text{C}/100) - (A - a) \text{ g}\end{aligned}$$

Dengan demikian:

$$\text{Pasir (\%)} = [ \{ (25/\text{fk}) - (25\text{C}/100) - (A - a)/2 \} / \{ (25/\text{fk}) - (25\text{C}/100) \} ] \times 100$$

$$\text{Debu (\%)} = [ \{ (A - a)/2 - (B - b)/2 \} / \{ (25/\text{Fk}) - (25\text{C}/100) \} ] \times 100$$

$$\text{Liat (\%)} = [ (B - b) \text{ g} / \{ (25/\text{Fk}) - (25\text{C}/100) \} ] \times 100$$

*Keterangan:*

- A = fraksi campuran debu – liat ( $\text{g l}^{-1}$ )
- a = blanko pada pembacaan 1
- B = fraksi liat ( $\text{g l}^{-1}$ )
- b = blanko pada pembacaan 2
- C = persen bahan organik (% C-organik x 1,724)
- fk = faktor koreksi kadar air =  $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$
- 2 = konversi kadar suspensi dari  $\text{g l}^{-1}$  ke  $\text{g } 500 \text{ ml}^{-1}$
- 100 = konversi ke %

## DAFTAR ACUAN

Bouyoucos, C.J. 1962. Hydrometer Method Improved for Making Particle Size Analysis of Soils. *Agronomy Journal* 54:464 - 465.

### 6. Penetapan P dan K Ekstrak HCl 25%

#### 6.1 Dasar penetapan

Fosfor dalam bentuk cadangan ditetapkan dengan menggunakan pengestrak HCl 25%. Pengestrak ini akan melarutkan bentuk-bentuk senyawa fosfat dan kalium mendekati kadar P dan K-total. Ion fosfat dalam ekstrak akan bereaksi dengan amonium molibdat dalam suasana asam membentuk asam fosfomolibdat yang akan bereaksi dengan asam askorbat menghasilkan larutan berwarna biru. Intensitas warna biru larutan dapat diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm, sedangkan kalium diukur dengan SSA.

#### 6.2 Alat-alat

- Botol kocok
- Mesin kocok bolak-balik

- Alat sentrifus
- Tabung reaksi
- Dispenser 10 ml
- Pipet volume 0,5 ml
- Pipet volume 2 ml
- Pipet ukur 10 ml
- Spektrofotometer UV-VIS
- SSA

### 6.3 Pereaksi

- HCl 25 %  
Encerkan 675,68 (676) ml HCl pekat (37%) dengan air bebas ion menjadi 1 l
- Pereaksi P pekat  
Larutkan 12 g  $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dengan 100 ml air bebas ion dalam labu ukur 1 l. Tambahkan 0,277 g  $\text{H}_2\text{O} (\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$  0,5 K dan secara perlahan 140 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- Pereaksi pewarna P Pekat  
Campurkan 1,06 g asam askorbat dan 100 ml pereaksi P pekat, pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- Standar induk 1.000 ppm  $\text{PO}_4$  (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk  $\text{PO}_4$  Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1 l. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar induk 200 ppm  $\text{PO}_4$   
Pipet 50 ml standar induk  $\text{PO}_4$  1.000 ppm Titrisol ke dalam labu 250 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Standar induk 1.000 ppm K (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk K Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan air bebas bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Deret standar  $\text{PO}_4$  (0; 4; 8; 16; 24; 32; dan 40 ppm)  
Pipet berturut turut 0; 2; 4; 8; 12; 16 dan 20 ml standar 200 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam labu ukur 100 ml. Masing-masing ditambah 5 ml HCl 25% dan air bebas ion hingga tanda garis lalu kocok.
- Deret standar K (0; 30; 60; 120; 180; 240; dan 300 ppm)  
Pipet berturut turut 0; 3; 6; 12; 12; 24; 30 ml standar 1000 ppm K ke dalam labu ukur 100 ml. Masing-masing ditambah 5 ml HCl 25% dan air bebas ion hingga tanda garis lalu kocok.

## 6.4 Cara kerja

Timbang 2,000 g contoh tanah ukuran <2 mm, dimasukkan ke dalam botol kocok dan ditambahkan 10 ml HCl 25% lalu kocok dengan mesin kocok selama 5 jam. Masukkan ke dalam tabung reaksi dibiarkan semalam atau disentrifuse.

Pipet 0,5 ml ekstrak jernih contoh (ekstrak a) dan deret standar ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 9,5 ml air bebas ion (pengenceran 20 x) dan dikocok (ekstrak b). Pipet 0,5 ml ekstrak b dan deret standar masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 0,5 ml larutan pereaksi pewarna P dan 4,5 ml air bebas ion dikocok. Dibiarkan selama 30 menit, lalu ukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm.

Untuk kalium, ekstrak contoh dan deret standar K diukur langsung dengan alat SSA secara Emisi.

## 6.5 Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar P potensial (mg P}_2\text{O}_5 \text{ 100 g}^{-1}) &= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml}) \times 100 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times \\ &\quad (142/190) \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10/1.000 \times 100/2 \times 20 \times 142/190 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10 \times 142/190 \times \text{fk} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar K potensial (mg K}_2\text{O 100 g}^{-1}) &= \text{ppm kurva} \times 10 \times 94/78 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$
fp	=	faktor pengenceran (20)
142/190	=	faktor konversi bentuk PO <sub>4</sub> menjadi P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
94/78	=	faktor konversi bentuk K menjadi K <sub>2</sub> O

## DAFTAR ACUAN

- Sudjadi, M., I.M. Widjik S., dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 166 hlm.
- Suranta, I.M Widjik dan A. Hardjono. 1999. Metode Analisis Tanah. Laboratorium Tanah dan Daun PT. Astra Agro Lestari Tbk. Jakarta. p. 21-23.

## 7. Penetapan Fosfor Tersedia Metode Olsen

### 7.1 Dasar penetapan

Fosfat dalam suasana netral/alkalin, dalam tanah akan terikat sebagai Ca, Mg-PO<sub>4</sub>. Pengekstrak NaHCO<sub>3</sub> akan mengendapkan Ca, Mg-CO<sub>3</sub> sehingga PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> dibebaskan ke dalam larutan. Pengekstrak ini juga dapat digunakan untuk tanah masam. Fosfat pada

tanah masam terikat sebagai Fe, Al-fosfat. Penambahan pengestrak  $\text{NaHCO}_3$  pH 8,5 menyebabkan terbentuknya Fe, Al-hidroksida, sehingga fosfat dibebaskan. Pengestrak ini biasanya digunakan untuk tanah ber-pH >5,5.

## 7.2 Alat-alat

- Botol kocok 50 ml
- Kertas saring W 91
- Tabung reaksi
- Pipet 2 ml
- Dispenser 20 ml
- Dispenser 10 ml
- Mesin pengocok
- Spektrofotometer UV-VIS

## 7.3 Pereaksi

- Pengestrak  $\text{NaHCO}_3$  0,5 M, pH 8,5  
Larutkan 42,0 g  $\text{NaHCO}_3$  dengan air bebas ion menjadi 1 l, pH larutan ditetapkan menjadi 8,5 dengan penambahan NaOH.
- Pereaksi P pekat  
Larutkan 12 g  $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dengan 100 ml air bebas ion dalam labu ukur 1 l. Tambahkan 0,277 g  $\text{H}_2\text{O} (\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$  0,5 K dan secara perlahan 140 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- Pereaksi pewarna P encer  
Campurkan 1,06 g asam askorbat dan 100 ml pereaksi P pekat. Tambahkan 25 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  4N, kemudian dijadikan 1 l dengan air bebas ion. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- Standar induk 1.000 ppm  $\text{PO}_4$  (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk  $\text{PO}_4$  Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1 l. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar induk 100 ppm  $\text{PO}_4$   
Dipipet 10 ml larutan standar induk 1.000 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Deret standar  $\text{PO}_4$  (0-20 ppm)  
Dipipet berturut-turut 0; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ml larutan standar 100 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam labu ukur 100 ml, diencerkan dengan pengestrak Olsen hingga 100 ml.

## 7.4 Cara kerja

Ditimbang 1,0 g contoh tanah < 2 mm, dimasukkan ke dalam botol kocok, ditambah 20 ml pengestrak Olsen, kemudian dikocok selama 30 menit. Disaring dan 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 889 nm.

Catatan : jika larutan berwarna, pipet 5 ml ekstrak ke dalam tabung reaksi, tambahkan 1 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5N, kocok dan biarkan semalam. Ekstrak jernih digunakan untuk penetapan P. Dalam perhitungan tambahkan faktor 6/5 (1,2) untuk koreksi penambahan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

### 7.5 Perhitungan

Kadar P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> tersedia (ppm)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times \\ &142/190 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 20/1.000 \times 1.000/1 \times 142/190 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 20 \times 142/190 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

142/190 = faktor konversi bentuk PO<sub>4</sub> menjadi P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

### DAFTAR ACUAN

- ISRIC. 2002. Procedures for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.) 6<sup>th</sup> ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands. p. 14-3 - 14-4.
- Olsen, S.R., C.V. Cole, F.S. Watanabe, and L.A. Dean. 1954. Estimation of Available P in Soils by Extraction With Sodium Bicarbonate. USDA cir. 939: 242-246.
- Rayment G.E dan F.R. Higginson. 1992. *Australian Soil and Land Survey Handbook* Volume 3. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australia. p. 68-73.
- Suranta, I.M Widjik dan A. Hardjono. 1999. Metode Analisis Tanah. Laboratorium Tanah dan Daun PT. Astra Agro Lestari Tbk. Jakarta. p. 46-47.
- Watanabe, F.S. and R. Olsen. 1965. Test of an Ascorbic Acid Methods for Determination of Phosphorus in Water and NaHCO<sub>3</sub> Extracts from Soil. *Soil Sci.Am.Proc.*29: 677 - 678.

## 8. Penetapan Fosfor Tersedia Metode Bray I

### 8.1. Dasar penetapan

Fosfat dalam suasana asam akan diikat sebagai senyawa Fe, Al-fosfat yang sukar larut. NH<sub>4</sub>F yang terkandung dalam pengekstrak Bray akan membentuk senyawa rangkai dengan Fe dan Al dan membebaskan ion PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. Pengekstrak ini biasanya digunakan pada tanah dengan pH <5,5.

## 8.2. Alat-alat

- Dispenser 25 ml
- Dispenser 10 ml
- Tabung reaksi
- Pipet 2 ml
- Kertas saring
- Botol kocok 50 ml
- Mesin pengocok
- Spektrofotometer

## 8.3 Perekasi

- HCl 5 N  
Sebanyak 416 ml HCl p.a. pekat (37%) dimasukkan dalam labu ukur 1.000 ml yang telah berisi sekitar 400 ml air bebas ion, kocok dan biarkan menjadi dingin. Tambahkan lagi air bebas ion hingga 1.000 ml.
- Pengekstrak Bray dan Kurts I (larutan 0,025 N HCl + NH<sub>4</sub>F 0,03 N)  
Ditimbang 1,11 g hablur NH<sub>4</sub>F, dilarutkan dengan lebih kurang 600 ml air bebas ion, ditambahkan 5 ml HCl 5 N, kemudian diencerkan sampai 1 l.
- Perekasi P pekat  
Larutkan 12 g (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub> Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O dengan 100 ml air bebas ion dalam labu ukur 1 l. Tambahkan 0,277 g H<sub>2</sub>O (SbO)C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub> 0,5 K dan secara perlahan 140 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat. Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- Perekasi pewarna P encer  
Campurkan 1,06 g asam askorbat dan 100 ml pereaksi P pekat, kemudian dijadikan 1 l dengan air bebas ion. Perekasi P ini harus selalu dibuat baru.
- Standar induk 1.000 ppm PO<sub>4</sub> (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk PO<sub>4</sub> Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1 l. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar induk 100 ppm PO<sub>4</sub>  
Pipet 10 ml larutan standar induk 1.000 ppm PO<sub>4</sub> ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Deret standar PO<sub>4</sub> (0-20 ppm)  
Pipet berturut-turut 0; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ml larutan standar 100 ppm PO<sub>4</sub> ke dalam labu ukur 100 ml, diencerkan dengan pengekstrak Bray 1 hingga 100 ml.

## 8.4 Cara kerja

Ditimbang 2,5 g contoh tanah <2 mm, ditambah pengekstrak Bray dan Kurt I sebanyak 25 ml, kemudian dikocok selama 5 menit. Disaring dan bila larutan keruh dikembalikan ke atas saringan semula (proses penyaringan maksimum 5 menit). Dipipet 2 ml ekstrak jernih ke dalam tabung reaksi. Contoh dan deret standar masing-masing ditambah pereaksi pewarna fosfat sebanyak 10 ml, dikocok dan dibiarkan 30 menit. Diukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm.

Catatan : jika larutan berwarna, tambahkan karbon aktif antara 0,5 – 1 g dalam contoh yang diekstrak.

### 8.5 Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar } P_2O_5 \text{ tersedia (ppm)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times 142/190 \\ &\quad \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 25/1.000 \times 1.000/2,5 \times \text{fp} \times 142/190 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10 \times \text{fp} \times 142/190 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

- ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.  
fp = faktor pengenceran (bila ada)  
142/190 = faktor konversi bentuk  $PO_4$  menjadi  $P_2O_5$   
fk = faktor koreksi kadar air =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

### DAFTAR ACUAN

- Bray, R.H. and L.T. Kurtz. 1945. Determination of Total Organic and Available Forms of Phosphorus in Soils. *Soil Sci.* 59: 39 - 45.
- ISRIC. 2002. Procedures for Soil Analysis. *In van Reeuwijk, L.P. (Ed.)* 6<sup>th</sup> ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands. p. 14-1 – 14-2.
- Rayment G.E dan F.R. Higginson. 1992. *Australian Soil and Land Survey Handbook* Volume 3. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australia. p. 74-78.
- Suranta, I.M Widjik dan A. Hardjono. 1999. Metode Analisis Tanah. Laboratorium Tanah dan Daun PT. Astra Agro Lestari Tbk. Jakarta. p. 45-46.
- USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4.0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.

## 9. Penetapan Susunan Kation, Kapasitas Tukar Kation dan Kejenuhan Basa Ekstrak $NH_4OAc$ 1 M, pH 7,0

### 9.1 Dasar penetapan

Koloid tanah (mineral liat dan humus) bermuatan negatif, sehingga dapat menyerap kation-kation. Kation-kation dapat ditukar (dd) ( $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $K^+$  dan  $Na^+$ ) dalam kompleks jerapan tanah ditukar dengan kation  $NH_4^+$  dari pengekstrak dan dapat diukur. Untuk penetapan kapasitas tukar kation (KTK) tanah, kelebihan kation penukar dicuci dengan etanol 96%.  $NH_4^+$  yang terjerap diganti dengan kation  $Na^+$  dari larutan NaCl, sehingga dapat diukur sebagai KTK.

Kation-kation dapat ditukar ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$  dan  $\text{Na}^+$ ) ditetapkan dengan SSA.  $\text{NH}_4^+$  (KTK) ditetapkan secara kolorimetri dengan metode Biru Indofenol.

## 9.2 Alat-alat

- Tabung perkolasi
- Labu ukur 50 ml
- Labu ukur 100 ml
- Labu semprot
- Spektrofotometer UV-Vis
- SSA

## 9.3. Perekasi

### *Perkolasi*

- Amonium asetat 1 M, pH 7,0  
Ditimbang 77,08 g serbuk  $\text{NH}_4$ -Asetat p.a. ke dalam labu ukur 1 l. Tambahkan air bebas ion hingga serbuk melarut dan tepatkan 1 l. Atau dapat pula dibuat dengan cara berikut: Dicampurkan 60 ml asam asetat glasial dengan 75 ml amonia pekat (25%) dan diencerkan dengan air bebas ion hingga sekitar 900 ml. pH campuran diatur menjadi 7,00 dengan penambahan amonia atau asam asetat, kemudian diimpitkan tepat 1 l.
- Etanol 96%
- HCl 4 N  
Sebanyak 33,3 ml HCl p.a. 37% dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml yang telah berisi sekitar 50 ml air bebas ion, kocok dan biarkan dingin. Tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- NaCl 10%  
Ditimbang 100 g NaCl, kemudian dilarutkan dengan air bebas ion. Ditambahkan 4 ml HCl 4 N dan diimpitkan tepat 1 l.
- Pasir kuarsa bersih
- *Filter pulp*

### *Kation-kation dapat ditukar*

- Amonium asetat 4 M, pH 7,0  
Dibuat dengan cara yang sama seperti amonium asetat 1 M, namun menggunakan 4 x 77,08 g  $\text{NH}_4$ -Asetat p.a.
- Standar pokok 1.000 ppm K
- Standar pokok 1.000 ppm Na
- Standar pokok 1.000 ppm Ca
- Standar pokok 1.000 ppm Mg

- Standar campur 100 ppm K, 50 ppm Na, 10 ppm Mg, 125 ppm Ca  
Dipipet masing-masing:  
10,0 ml standar pokok 1000 ppm K  
5,0 ml standar pokok 1000 ppm Na  
1,0 ml standar pokok 1000 ppm Mg  
12,5 ml standar pokok 1000 ppm Ca  
Dicampurkan dalam labu ukur 100 ml, diimpitkan dengan  $\text{NH}_4$ -asetat 4 N, pH 7,0 hingga tanda garis.
- Deret standar campur K (0-100 ppm), Na (0-50 ppm), Ca (0-125 ppm) dan Mg (0-10 ppm).
- Dipipet standar campuran sebanyak 0, 1, 2, 4, 6, 8 dan 10 ml, masing masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan  $\text{NH}_4$ -Ac 1 M, pH 7 (standar 01).
- Larutan Lanthan 2,5%  
Timbang 66,8467 g  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , ditambahkan 10 ml HCl 25% dan dilarutkan dengan air bebas ion, kemudian diimpitkan tepat 1 l.

*KTK cara kolorimetri*

- Larutan Na-Fenat Pekat  
Ditimbang 56,3 g serbuk NaOH p.a. dan dilarutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion secara perlahan sambil diaduk. Setelah dingin ditambahkan 137 g serbuk fenol, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga 1 liter, kocok. Simpan dalam botol berwarna gelap.
- Larutan Na-Fenat  
Tambahkan 250 ml larutan Na-Fenat pekat ke dalam 250 ml air bebas ion. Simpan dalam botol berwarna gelap, di aduk dan siap digunakan.
- Larutan Brij 15%  
Larutkan 150 g padatan Brij dengan 1 l air bebas ion dalam botol kocok. Kocok hingga terlarut (4 jam).
- Larutan Ssangga Tartrat  
Ditimbang 32 g serbuk NaOH p.a. dan 14 g Na-hidrogen fosfat ke dalam labu ukur 1 liter. Larutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion. Setelah dingin tambahkan 50 g K,Na-tartrat dan aduk hingga larut, tambahkan 4 ml larutan Brij 35 15%. Tambahkan air bebas ion hingga 1 liter, kocok.
- Natrium hipoklorit ( $\text{NaOCl}$ ) 5%  
Encerkan 2x larutan natrium hipoklorit 10% dengan air bebas ion.
- Standar pokok 1000 mg/l.  $\text{NH}_4$
- Blanko NaCl 10% (standar nol)  
Ditimbang 100 g NaCl dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml, dilarutkan dengan air bebas ion lalu ditambahkan 10 ml etanol 96% kemudian diimpitkan hingga 1000 ml dengan air bebas ion.

- Standar 250 mg/l NH<sub>4</sub>  
Dipipet Standar pokok 1000 mg/l. NH<sub>4</sub> sebanyak 25 ml, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. diimpitkan dengan larutan blanko NaCl 10%.
- Deret standar 0; 25; 50; 100; 150; 200 dan 250 mg/l NH<sub>4</sub>  
Dipipet ke dalam tabung reaksi masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 250 mg/l NH<sub>4</sub> Tambahkan standar 0 hingga semuanya menjadi 10 ml.

#### 9.4 Cara kerja

Ditimbang 2,5 g contoh tanah ukuran >2 mm, lalu dicampur dengan lebih kurang 5 g pasir kuarsa. Dimasukkan ke dalam tabung perkolasi yang telah dilapisi berturut-turut dengan *filter pulp* dan pasir terlebih dahulu (*filter pulp* digunakan seperlunya untuk menutup lubang pada dasar tabung, sedangkan pasir kuarsa sekitar 2,5 g) dan lapisan atas ditutup dengan penambahan 2,5 g pasir. Ketebalan setiap lapisan pada sekeliling tabung diupayakan supaya sama. Siapkan pula blanko dengan pengerjaan seperti contoh tapi tanpa contoh tanah. Kemudian diperkolasi dengan amonium acetat pH 7,0 sebanyak 2 x 25 ml dengan selang waktu 30 menit. Filtrat ditampung dalam labu ukur 50 ml, diimpitkan dengan amonium acetat pH 7,0 untuk pengukuran kation<sub>dd</sub>: Ca, Mg, K, dan Na (S). Tabung perkolasi yang masih berisi contoh diperkolasi dengan 100 ml etanol 96% untuk menghilangkan kelebihan amonium dan perkolat ini dibuang.

Sisa etanol dalam tabung perkolasi dibuang dengan pompa isap dari bawah tabung perkolasi atau pompa tekan dari atas tabung perkolasi. Selanjutnya diperkolasi dengan NaCl 10% sebanyak 50 ml, filtrat ditampung dalam labu ukur 50 ml dan diimpitkan dengan larutan NaCl 10%. Filtrat ini digunakan untuk pengukuran KTK (T) dengan cara destilasi atau kolorimetri.

##### 1. Pengukuran kation<sub>dd</sub> (Ca, Mg, K, Na)

Perkolat NH<sub>4</sub>-Ac (S) dan deret standar K, Na, Ca, Mg masing-masing dipipet 1 ml ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 9 ml air bebas ion ditambahkan 0,5 ml larutan La 2,5% dan dikocok hingga homogen. Diukur dengan SSA cara absorpsi (untuk Ca dan Mg) dan cara emisi (untuk K dan Na) menggunakan deret standar sebagai pembanding.

##### 2. Pengukuran KTK

Pengukuran KTK dapat dilakukan dengan cara destilasi langsung, destilasi perkolat NaCl dan kolorimetri perkolat NaCl.

##### a. Destilasi langsung

Pada cara destilasi langsung, dikerjakan seperti penetapan N-Kjeldahl tanah. Isi tabung perkolasi (setelah selesai tahap pencucian dengan etanol) dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu didih. Gunakan air bebas ion untuk membilas tabung perkolasi. Tambahkan sedikit serbuk batu didih dan air bebas ion hingga setengah volume labu. Disiapkan penampung untuk NH<sub>3</sub> yang dibebaskan yaitu erlenmeyer yang berisi 10 ml asam borat 1% yang ditambah tiga tetes indikator Conway (berwarna merah) dan dihubungkan dengan alat destilasi. Dengan gelas ukur, tambahkan NaOH 40% sebanyak 10 ml ke dalam labu didih yang berisi contoh dan

secepatnya ditutup. Didestilasi hingga volume penampung mencapai 50–75 ml (berwarna hijau). Destilat dititrasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,050 N hingga warna merah muda. Catat volume titar contoh ( $V_c$ ) dan blanko ( $V_b$ ).

**b. Destilasi perkolat**

Cara destilasi perkolat dilakukan dengan memipet 10 ml perkolat NaCl ke dalam labu didih dan tambahkan 1 ml parafin cair untuk menghilangkan buih. Selanjutnya dikerjakan dengan cara yang sama seperti cara destilasi langsung.

**c. Kolorimetri**

**Pengukuran KTK dengan Spektrofotometer :**

Pengukuran  $\text{NH}_4^+$  (KTK) dapat pula ditetapkan dengan metode Biru Indofenol. Pipet masing-masing 0,5 ml perkolat NaCl dan deret standar  $\text{NH}_4$  (0; 25; 50; 100; 150; 200 dan 250 mg/l  $\text{NH}_4$ ) ke dalam tabung reaksi. Ke dalam setiap tabung tambahkan 9,5 ml air bebas ion. Pipet ke dalam tabung reaksi lain masing-masing 2 ml ekstrak sampel encer dan deret standar. Tambahkan berturut-turut larutan sanga Tartrat dan Na-fenat masing-masing sebanyak 4 ml, kocok dan biarkan 10 menit. Tambahkan 4 ml  $\text{NaOCl}$  5%, kocok dan diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 660 nm setelah 10 menit sejak pemberian pereaksi ini.

Catatan : Warna biru indofenol yang terbentuk kurang stabil. Upayakan agar diperoleh waktu yang sama antara pemberian pereaksi dan pengukuran untuk setiap deret standar dan contoh.

**Pengukuran KTK dengan Auto Analyzer (CFA):**

Nyalakan alat sesuai prosedur operasional alat. Tuangkan ekstrak yang telah ke dalam cup sampel. Masukkan tubing reagen ke dalam botol masing-masing reagen. Ukur ekstrak jernih dengan deret standar N sebagai pembanding, hasil pengukuran di print.

**9.5 Perhitungan**

**Kation<sub>dd</sub> (cmol (+)kg<sup>-1</sup>) (S)**

$$\begin{aligned}
 &= (\text{ppm kurva/bst kation}) \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times 0,1 \\
 &\quad \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= (\text{ppm kurva/bst kation}) \times 50 \text{ ml (1.000 ml)}^{-1} \times 1.000 \text{ g (2,5 g)}^{-1} \times 0,1 \times \text{fp} \times \\
 &\quad \text{fk} \\
 &= (\text{ppm kurva/bst kation}) \times 2 \times \text{fp} \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

**Kapasitas tukar kation (T)**

*Cara destilasi langsung:*

$$\begin{aligned}
 \text{KTK (cmol (+) kg}^{-1}\text{)} &= (V_c - V_b) \times N \text{ H}_2\text{SO}_4 \times 0,1 \times 1.000 \text{ g (2,5 g)}^{-1} \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \text{ H}_2\text{SO}_4 \times 40 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

*Cara destilasi perkolat:*

$$\begin{aligned}
 \text{KTK (cmol (+) kg}^{-1}\text{)} &= (V_c - V_b) \times N \text{ H}_2\text{SO}_4 \times 0,1 \times 1.000 \text{ g (2,5g)}^{-1} \times 50 \text{ ml } 10 \text{ ml}^{-1} \\
 &\quad \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \text{ H}_2\text{SO}_4 \times 200 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

*Cara kolorimetri:*

$$\begin{aligned}\text{KTK (cmol (+) kg}^{-1}\text{)} &= \text{m.e. kurva} \times 50 \text{ ml (1.000 ml)}^{-1} \times 1.000 \text{ g (2,5 g)}^{-1} \times 0,1 \times \text{fp} \\ &\quad \times \text{fk} \\ &= \text{m.e. kurva} \times 2 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ \text{Kejenuhan basa (\%)} &= \text{S/T} \times 100 \text{ \%}\end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
0,1	=	faktor konversi dari m.e. ke cmol(+)
bst kation	=	bobot setara: Ca: 20; Mg: 12, 15; K: 39; Na: 23
fp	=	faktor pengenceran (bila ada)
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$
S	=	jumlah basa-basa tukar (cmol(+) $\text{kg}^{-1}$ )
T	=	kapasitas tukar kation (cmol(+) $\text{kg}^{-1}$ )

## DAFTAR ACUAN

- Hajek, B.F., F. Adams, and J.T. Cope. 1972. Rapid Determination of Exchangeable Bases, Acidity and Cation Exchange Capacity. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 36: 436 - 438.
- ISRIC. 2002. Procedures for Soil Analysis. *In van Reeuwijk, L.P. (Ed.) 6<sup>th</sup> ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands.* p. 9-1 – 10-1.
- Rayment G.E dan F.R. Higginson. 1992. *Australian Soil and Land Survey Handbook Volume 3. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods.* Australia. p. 154-164, 171
- Suranta, I.M Widjik dan A. Hardjono. 1999. *Metode Analisis Tanah.* Laboratorium Tanah dan Daun PT. Astra Agro Lestari Tbk. Jakarta. p. 38-41.
- USDA. 2004. *Soil Survey Laboratory Methods Manual.* p.167-365, 616-643. *In Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4.0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.*

## 10. Penetapan Karbon Organik

### 10.1 Dasar penetapan

Karbon sebagai senyawa organik akan mereduksi  $\text{Cr}^{6+}$  yang berwarna jingga menjadi  $\text{Cr}^{3+}$  yang berwarna hijau dalam suasana asam. Intensitas warna hijau yang terbentuk setara dengan kadar karbon dan dapat diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 587 nm.

### 10.2 Alat-alat

- Neraca analitik
- Spektrofotometer



- Labu ukur 100 ml
- Dispenser 10 ml

### 10.3 Pereaksi

- Asam sulfat pekat
- Kalium dikromat 2 N  
Dilarutkan 98,1 g kalium dikromat dengan 600 ml air bebas ion dalam piala gelas, ditambahkan 100 ml asam sulfat pekat, dipanaskan hingga larut sempurna, setelah dingin diencerkan dalam labu ukur 1 l dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Larutan standar 5.000 ppm C  
Dilarutkan 12,510 g glukosa p.a. dengan air suling di dalam labu ukur 1 l dan diimpitkan.

### 10.4 Cara kerja

Ditimbang 0,500 g contoh tanah ukuran < 0,5 mm, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Ditambahkan 5 ml  $K_2Cr_2O_7$  2 N, lalu dikocok. Ditambahkan 7,5 ml  $H_2SO_4$  pekat, dikocok lalu diamkan selama 30 menit. Diencerkan dengan air bebas ion, biarkan dingin dan diimpitkan. Keesokan harinya diukur absorbansi larutan jernih dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 587 nm. Sebagai pembanding dibuat standar 0 dan 250 ppm, dengan memipet 0 dan 5 ml larutan standar 5.000 ppm ke dalam labu ukur 100 ml dengan perlakuan yang sama dengan pengerjaan contoh.

Catatan: Bila pembacaan contoh melebihi standar tertinggi, ulangi penetapan dengan menimbang contoh lebih sedikit. Ubah faktor dalam perhitungan sesuai berat contoh yang ditimbang.

### 10.5 Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar C-organik (\%)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/500 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10/500 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.  
100 = konversi ke %  
Fk = faktor koreksi kadar air =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

### DAFTAR ACUAN

American Society of Agronomy and Soil Science Society of America. 1982. Methods of Soil Analysis, 2<sup>nd</sup> ed., Part 2. In Page et al. (Eds.). Chemical and Microbiological Properties. Madison, Wisconsin, USA. p. 1159.

- Black, C.A. 1965. Methods of Soil Analysis, Part 2, Agronomy 9. p. 771-1572 In. Chemical and Microbiological Properties. American Society of Agronomy, Inc., Publisher. Madison, Wisconsin. USA.
- Graham, E.R. 1948. Determination of Soil Organic Matter by Means of a Photoelectric Colorimeter. Soil Sci. 65: 181 - 183.
- ISRIC. 2002. Procedures for Soil Analysis. In van Reeuwijk, L.P. (Ed.) 6<sup>th</sup> ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands. p. 5-1.
- Rayment G.E dan F.R. Higginson. 1992. *Australian Soil and Land Survey Handbook* Volume 3. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australia. p. 29-31.
- Suranta, I.M Widjik dan A. Hardjono. 1999. Metode Analisis Tanah. Laboratorium Tanah dan Daun PT. Astra Agro Lestari Tbk. Jakarta. p. 14-15.

## 11. Penetapan Nitrogen Kjeldahl

### 11.1 Dasar penetapan

Senyawa nitrogen organik dioksidasi dalam lingkungan asam sulfat pekat dengan katalis campuran selen membentuk  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ . Metode ini tidak dapat menetapkan nitrogen dalam bentuk nitrat. Kadar amonium dalam ekstrak dapat ditetapkan dengan cara destilasi atau spektrofotometri. Pada cara destilasi, ekstrak dibasakan dengan penambahan larutan NaOH. Selanjutnya,  $\text{NH}_3$  yang dibebaskan diikat oleh asam borat dan dititar dengan larutan baku  $\text{H}_2\text{SO}_4$  menggunakan penunjuk Conway. Cara spektrofotometri menggunakan metode pembangkit warna indofenol biru.

Total nitrogen cara spektrofotometri dapat juga diuji menggunakan modifikasi Berthelot. Setelah dialisis amonia dibuffer dan diklorinasi menjadi monokloramin, penambahan dengan asam salisilat akan terbentuk senyawa 5-aminosalisilat. Melalui reaksi oksidasi dan kopling oksidatif menghasilkan senyawa kompleks yang berwarna hijau. Serapan kompleks tersebut diukur pada panjang gelombang 660 nm.

### 11.2 Alat-alat

- Neraca analitik tiga desimal
- Tabung *digestion* & blok *digestion*
- Labu didih 250 ml
- Erlenmeyer 100 ml bertera
- Buret 10 ml
- Pengaduk magnetik
- Dispenser
- Tabung reaksi
- Pengocok tabung
- Alat destilasi, Spektrofotometer atau Autoanalyzer

### 11.3 Pereaksi

#### *Destruksi*

- Asam sulfat pekat (95-97 %)
- Campuran selen p.a. (tersedia di pasaran) atau  
Dibuat dengan mencampurkan 1,55 g  $\text{CuSO}_4$  anhidrat, 96,9 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat dan 1,55 g selen kemudian dihaluskan.

#### *Destilasi*

- Asam borat 1%  
Dilartukan 10 g  $\text{H}_3\text{BO}_3$  dengan 1 l air bebas ion.
- Natrium Hidroksida 40%  
Dilartukan 400 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.
- Batu didih  
Dibuat dari batu apung yang dihaluskan.
- Penunjuk Conway  
Dilartukan 0,100 g merah metil (*metil red*) dan 0,150 g hijau bromkresol (*bromkresol green*) dengan 200 ml etanol 96%.
- Larutan baku asam sulfat 1N (Titrisol)
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  4 N  
Masukan 111 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a. pekat (95-97%) sedikit demi sedikit melalui dinding labu labu ukur 1.000 ml yang telah berisi sekitar 700 ml air bebas ion, kocok dan biarkan menjadi dingin. Tambahkan lagi air bebas ion hingga 1.000 ml, kocok.
- Larutan baku asam sulfat 0,050 N  
Pipet 50 ml larutan baku  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 N Titrisol ke dalam labu ukur 1 l. Encerkan dengan air bebas ion hingga 1 l. Atau:  
Pipet 12,5 ml asam sulfat 4 N ke dalam labu ukur 1 l. Diencerkan sampai 1 l dengan air bebas ion, kocok. Kenormalannya ditetapkan dengan bahan baku boraks.

#### *Spektrofotometri*

##### *Reagen untuk metode Indofenol biru*

- Standar 0  
Encerkan ekstrak blanko dengan air bebas ion menjadi 50 ml. Jumlah blanko yang dikerjakan disesuaikan dengan volume standar 0 yang diperlukan.
- Standar pokok 1.000 ppm N  
Timbang 4,7143 serbuk  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  p.a. (yang telah dikeringkan pada 100 °C selama 4 jam) ke dalam labu ukur 1 l. Tambahkan air bebas ion hingga tepat 1 l dan kocok hingga larutan homogen.  
Atau larutan Titrisol 1000 mg  $\text{NH}_4/\text{l}$ .

- Standar 100 mg  $\text{NH}_4$  /l  
Buat dengan memipet 10 ml standar pokok 1.000 mg  $\text{NH}_4$  /l ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan standar 0 hingga tepat 100 ml.
- Deret standar 0;10;20;40;60;80;100 mg  $\text{NH}_4$  /l  
Pipet 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 100 mg  $\text{NH}_4$  /l masing-masing ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 hingga semuanya menjadi 10 ml. Lakukan pengocokan pada setiap pencampuran.
- Larutan Na-Fenat pekat  
Ditimbang 56,3 g serbuk NaOH p.a. dan dilarutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion secara perlahan sambil diaduk. Setelah dingin ditambahkan 137 g serbuk fenol, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga 1 liter, kocok. Simpan dalam botol berwarna gelap.
- Larutan Na-Fenat  
Tambahkan 250 ml larutan Na-Fenat pekat ke dalam 250 ml air bebas ion. Simpan dalam botol berwarna gelap, aduk dan siap digunakan.
- Larutan Brij 15%  
Larutkan 150 g padatan Brij dengan 1 Liter air bebas ion dalam botol kocok. Kocok hingga terlarut (4 jam).
- Larutan sangga Tartrat  
Ditimbang 32 g serbuk NaOH p.a. dan 14 g Na-hidrogen fosfat ke dalam labu ukur 1 liter. Larutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion. Setelah dingin tambahkan 50 g K,Na-tartrat dan aduk hingga larut, tambahkan 4 ml larutan Brij 15%. Tambahkan air bebas ion hingga 1 liter, kocok.
- Natrium hipoklorit ( $\text{NaOCl}$ ) 5%  
Encerkan 2x larutan natrium hipoklorit 10% dengan air bebas ion.

**Reagen untuk metode modifikasi Berthelot (Continuous Flow Analyzer) :**

- A. **Larutan Buffer atas** [Kalium Natrium Tartrat ( $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa}_4\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), Natrium Sitrat ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Na}_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dilarutkan dengan air, Brij 35 (15%).]
- Dilarutkan 33 g kalium natrium tartrat dalam 800 ml air lalu ditambahkan 24 g natrium sitrat kemudian aduk hingga larut. Setelah larut, diimpitkan hingga 1 Liter.
  - Cek pH larutan dan jika diperlukan tetapkan hingga  $\text{pH } 5,2 \pm 0,1$  menggunakan HCl.
  - Tambahkan 3 ml Brij 35 dan aduk.  
Catatan: Larutan stabil selama 1 minggu, simpan dalam botol gelap.
- B. **Larutan Buffer Bawah** [Kalium Natrium Tartrat ( $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa}_4\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), Natrium Sitrat ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Na}_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dilarutkan dengan air, Natrium Hidroksida (NaOH), Brij (15%)]
- Dilarutkan 33 g kalium natrium tartrat dalam 800 ml air lalu ditambahkan 24 g natrium sitrat kemudian aduk hingga larut. Setelah larut, diimpitkan hingga 1 Liter.

- Cek pH larutan dan jika diperlukan tetapkan hingga  $\text{pH } 5,2 \pm 0,1$  menggunakan HCl.
  - Tambahkan 20 g NaOH  $\text{l}^{-1}$
  - Tambahkan 3 ml Brij dan aduk.
  - Catatan: Larutan stabil selama 1 minggu, simpan dalam botol gelap.
- C. **Larutan Natrium Salisilat** [Natrium Hidroksida (NaOH), Natrium Salisilat ( $\text{C}_7\text{H}_5\text{NaO}_3$ ) dilarutkan dengan air]
- Dilarutkan 25 g NaOH dalam  $\pm 50$  ml air. Kemudian tambahkan  $\pm 800$  ml air
  - Tambahkan 80 g Natrium Salisilat
  - Diimpitkan hingga 1 l dengan air aduk hingga homogen
  - Catatan: Larutan stabil selama 1 minggu, simpan dalam botol gelap.
- D. **Larutan Natrium Nitropusid** [Natrium Nitroprusid ( $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )]
- Dilarutkan 1 g natrium nitroprusid dalam  $\pm 800$  ml air kemudian diimpitkan hingga 1 l dengan air
  - Catatan: Larutan stabil selama 1 minggu. Simpan dalam botol gelap.
- E. **Larutan diklororisianurat** [Natrium dikloroisianurat ( $\text{C}_3\text{N}_3\text{O}_3\text{C}_{12}\text{Na}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )]
- Dilarutkan 2 g natrium dikloroisianurat dalam  $\pm 800$  ml air. Diimpitkan hingga 1 l dengan air, aduk hingga homogen.
  - Catatan: Larutan stabil selama 1 minggu, simpan dalam botol gelap.

#### 11.4 Cara kerja

##### *Destruksi contoh*

Ditimbang 0,5 g contoh tanah ukuran  $<0,5$  mm, dimasukkan ke dalam tabung digest. Ditambahkan 1 g campuran selen dan 3 ml asam sulfat pekat, didestruksi hingga suhu  $350^\circ\text{C}$  (3-4 jam). Destruksi selesai bila keluar uap putih dan didapat ekstrak jernih (sekitar 4 jam).

Tabung diangkat, didinginkan dan kemudian ekstrak diencerkan dengan air bebas ion hingga tepat 50 ml. Kocok sampai homogen, biarkan semalam agar partikel mengendap. Ekstrak digunakan untuk pengukuran N dengan cara destilasi atau cara kolorimetri.

##### *Pengukuran N*

##### **Pengukuran N dengan cara destilasi**

Pindahkan secara kuantitatif seluruh ekstrak contoh ke dalam labu didih (gunakan air bebas ion dan labu semprot). Tambahkan sedikit serbuk batu didih dan aquades hingga setengah volume labu. Disiapkan penampung untuk  $\text{NH}_3$  yang dibebaskan yaitu erlenmeyer yang berisi 10 ml asam borat 1% yang ditambah tiga tetes indikator Conway (berwarna merah) dan dihubungkan dengan alat destilasi. Dengan

gelas ukur, tambahkan NaOH 40% sebanyak 10 ml ke dalam labu didih yang berisi contoh dan secepatnya ditutup. Didestilasi hingga volume penampung mencapai 50–75 ml (berwarna hijau). Destilat dititrasi dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,050 N hingga warna merah muda. Catat volume titar contoh (V<sub>c</sub>) dan blanko (V<sub>b</sub>).

### Pengukuran N dengan spektrofotometer

Pipet ke dalam tabung reaksi masing-masing 2 ml ekstrak dan deret standar. Tambahkan berturut-turut larutan sanga Tartrat dan Na-fenat masing-masing sebanyak 4 ml, kocok dan biarkan 10 menit. Tambahkan 4 ml NaOCl 5 %, kocok, diamkan 10 menit dan diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 660 nm.

Catatan: Warna biru indofenol yang terbentuk kurang stabil. Upayakan agar diperoleh waktu yang sama antara pemberian pereaksi dan pengukuran untuk setiap deret standar dan contoh.

### Pengukuran N dengan CFA

Nyalakan alat sesuai prosedur operasional alat. Tuangkan ekstrak hasil destruksi yang telah diencerkan 50 ml ke dalam cup sampel. Masukkan tubing reagen ke dalam botol masing-masing reagen. Ukur kadar N dalam ekstrak jernih dengan deret standar N sebagai pembanding, hasil pengukuran diprint.

### 11.5 Perhitungan

Cara destilasi:

$$\begin{aligned} \text{Kadar nitrogen (\%)} &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100/\text{mg bobot contoh} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100/500 \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 2,8 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

V <sub>c, b</sub>	=	ml titar contoh dan blanko
N	=	normalitas larutan baku H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
14	=	bobot setara nitrogen
100	=	konversi ke %
fk	=	faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

Cara Spektrofotometri/CFA Skalar:

$$\begin{aligned} \text{Kadar Nitrogen (\%)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/500 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,01 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
100	=	konversi ke %
fp	=	faktor pengenceran (bila ada)
fk	=	faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

## DAFTAR ACUAN

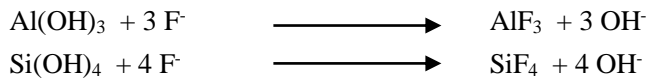
- ACIAR, 1990. Laboratory Techniques for Plant and Soil Analysis. *In* Lisle, L., J. Gaudron, and R. Lefroy. UNE-ACIAR- Crawford Fund. Department of Agronomy and Soil Science, University of New England, Armidale, Australia. and Australian Centre for International Agricultural Research. p. 149.
- American Society of Agronomy and Soil Science Society of America. 1982. Methods of Soil Analysis, 2<sup>nd</sup> ed., Part 2. *In* Page, A.L., R.H. Miller, and D.R. Keeney (Eds.). Chemical and microbiological properties. Madison, Wisconsin, USA. p. 1159.
- Black, C.A. 1965. Methods of soil analysis. Part 2, Agronomy 9. p. 771-1 *In* Chemical and Mikrobiological Properties. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.
- ISRIC. 2002. Procedures for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.) 6<sup>th</sup> ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands. p. 6-1.
- Rayment G.E dan F.R. Higginson. 1992. *Australian Soil and Land Survey Handbook* Volume 3. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australia. p. 39-43.
- Suranta, I.M Widjik dan A. Hardjono. 1999. Metode Analisis Tanah. Laboratorium Tanah dan Daun PT. Astra Agro Lestari Tbk. Jakarta. p. 17-20.
- USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4.0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.
- The San++, Continuous Flow Analyzer, User Manual, Skalar

## II. ANALISIS TANAH KHUSUS DAN UJI TANAH

### 1. Penetapan pH NaF

#### 1.1. Dasar penetapan

Larutan NaF bereaksi dengan bahan mineral tanah yang amorf (tidak berbentuk kristal) menghasilkan ion hidroksida ( $\text{OH}^-$ ). Semakin banyak bahan amorf dalam tanah, maka akan lebih banyak pula  $\text{OH}^-$  yang dihasilkan, sehingga akan meningkatkan pH tanah. Reaksinya dapat diilustrasikan seperti berikut ini.



Sebagian besar komponen tanah bereaksi dengan NaF melepaskan  $\text{OH}^-$ . Namun, pH NaF  $\geq 9,4$  memberikan indikasi kuat, bahwa bahan amorf mendominasi kompleks pertukaran tanah.

#### 1.2. Alat-alat

- Botol plastik 1 l
- Erlenmeyer 50 ml
- Pipet ukur 25 ml
- Stirer
- pH meter

#### 1.3. Pereaksi

- **NaF 5% pH 7,7**  
Ditimbang 50,00 g NaF ditambahkan air bebas ion sebanyak 800 ml dalam botol plastik 1 l, kocok 3 jam lalu diukur pH-nya hingga pH 7,7. Untuk menaikkan pH digunakan larutan NaOH 4% sedangkan untuk menurunkan pH digunakan larutan HF 4%. Kemudian tera hingga tanda garis 1 l.
- NaOH 4%  
Timbang 4 g NaOH larutkan ke dalam labu ukur 100 ml kemudian impitkan dengan air bebas ion, kocok.
- HF 4%  
Pipet 4 ml HF ke dalam piala plastik, tera hingga tanda garis 100 ml.

#### 1.4. Cara kerja

Timbang 5,00 g contoh halus, tambahkan 50 ml pereaksi NaF pH 7,7 dan kocok 1 menit menggunakan stirer lalu ukur pH-nya (pH 1 menit). Diamkan 1 jam, setelah itu dikocok 1 menit menggunakan stirer lalu diukur kembali pH-nya (pH 60 menit). Sebelum pengukuran, pH meter harus sudah dikalibrasi dengan menggunakan buffer pH 4,0 dan pH 7,0.



## DAFTAR ACUAN

- ISRIC, 1993. Procedures for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.) Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands. 4<sup>th</sup> ed. p.100.
- USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4,0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.

## 2. Penetapan Gypsum

### 2.1. Dasar penetapan

Gypsum ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dalam contoh tanah diekstrak dengan air. Gypsum dalam larutan diendapkan kembali secara selektif dengan penambahan aseton. Endapan ini dilarutkan kembali dalam air dan gypsum ditetapkan dengan mengukur kadar Ca dalam larutan menggunakan SSA.

### 3.2. Alat-alat

- SSA
- Pengocok tabung
- Labu ukur 1 l
- Labu ukur 100 ml
- Tabung kimia
- Pipet ukur 10 ml
- Pipet isi 5, 10, 20, dan 25 ml
- Tabung sentrifus 50 ml
- Erlenmeyer 250 ml

### 3.3. Pereaksi

- $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  p.a.
- Aseton 99,5 % p.a.
- Standar pokok 1.000 ppm Ca  
Pindahkan secara kuantitatif masing-masing larutan standar induk Ca Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar 250 ppm Ca  
Pipet 25 ml standar pokok 1.000 ppm Ca ke dalam labu ukur 100 ml dan diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar 25 ppm Ca  
Pipet 10 ml larutan standar campuran 1 ke dalam labu ukur 100 ml dan diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.

- Deret standar 0-25 ppm Ca  
Pipet larutan standar 25 ppm Ca masing-masing sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10 ml ke dalam tabung kimia, tambahkan air bebas ion hingga setiap tabung berisi 10 ml larutan dan dikocok.

Deret standar Ca akan mengandung:

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	2,5	5	10	15	20	25	ppm Ca

- Larutan Lanthan 2,5%  
Timbang 66,8467 g  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , ditambahkan 10 ml HCl 25% dan dilarutkan dengan air bebas ion, kemudian diimpitkan tepat 1 l.

### 3.4. Cara kerja

Timbang 5,000 g contoh dan 0,100 g  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sebagai contoh standar. Masing-masing ditambah 50 ml air bebas ion, kocok semalam (16 jam) dan sentrifuse hingga didapat larutan jernih.

Dipipet 20 ml ekstrak jernih ke dalam tabung sentrifus, ditambah 20 ml aseton, dikocok merata dan biarkan selama 10 menit. Sentrifusi hingga larutan menjadi jernih. Buang larutan jernih dengan cara dekantasi (hati-hati endapan jangan ikut terbuang). Endapan didispersikan kembali dengan penambahan 10 ml aseton melalui dinding tabung sentrifus. Lakukan kembali sentrifusi dan dekantasi. Tabung sentrifusi bersama endapan didalamnya dikeringkan pada suhu 50°C. Setelah endapan kering tambahkan 20 ml air bebas ion, kocok hingga endapan larut seluruhnya. Pipet masing-masing sebanyak 5 ml larutan ini dan deret standar Ca ke dalam tabung reaksi, tambahkan 0,5 ml larutan lantan 25.000 ppm dan dikocok.

Ukur Ca dalam larutan dengan SSA, menggunakan deret standar Ca sebagai pembanding.

### 3.5. Perhitungan

Kadar gipsum (%)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times 172/40 \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 172/40 \times 5/1.000 \times 100/\text{mg contoh} \times 20 \text{ ml}/5 \text{ ml} \times 50 \\
 &\quad \text{ml}/20 \text{ ml} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 172/40 \times 0,05 \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.

172 = BM gipsum

40 = BM Ca

fp = faktor pengenceran

fk = faktor koreksi kadar air =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

Catatan:

Karena kelarutan gipsium agak rendah ( $0,2 \text{ g } 100 \text{ ml}^{-1}$ ), gunakan nisbah tanah : air sebagai berikut:

5 g tanah : 50 ml air (1 : 10) hingga maksimum 1,5 % gipsium

5 g tanah : 100 ml air (1 : 20) untuk 1,5 - 3 % gipsium

5 g tanah : 150 ml air (1 : 30) untuk 3 - 4,5 % gipsium

## DAFTAR ACUAN

American Society of Agronomy and Soil Science Society of America. 1982. Methods of soil analysis, 2<sup>nd</sup> ed., Part 2. *In* Page, A.L., R.H. Miller, and D.R. Keeney (Eds.). Chemical and microbiological properties. Madison, Wisconsin, USA. p. 1159.

Hesse, P.R. 1971. A Textbook of Soil Chemical Analysis. Chemical Publishing Co., Inc. New York. p. 520.

ISRIC, 1993. Procedures for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.) Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands. 4<sup>th</sup> ed. p.100.

### 3. Penetapan Daya Hantar Listrik (Salinitas)

#### 3.1 Dasar penetapan

Nilai daya hantar listrik (DHL) mencerminkan kadar garam yang terlarut. Peningkatan konsentrasi garam yang terlarut akan menaikkan nilai DHL larutan yang diukur oleh alat menggunakan elektrode platina.

#### 3.2 Alat-alat

- Botol kocok 100 ml
- Dispenser 50 ml/gelas ukur
- Mesin pengocok
- Labu semprot 500 ml
- Konduktometer dengan sel platina

#### 3.3 Pereaksi

- Air bebas ion yang bebas  $\text{CO}_2$   
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat semua pereaksi penetapan DHL.
- Larutan baku NaCl 0,010 M atau KCl 0,010 M. Larutan ini memiliki daya hantar listrik sebesar  $1413 \mu\text{S cm}^{-1}$ .  
Timbang 0,5844 g NaCl p.a. yang telah dikeringkan pada  $105^\circ\text{C}$  selama 2 jam atau 0,7455 g KCl p.a. yang telah dikeringkan pada  $110^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Masukkan ke dalam labu ukur 1 l, larutkan dengan air bebas ion hingga 1l.

### 3.4 Cara kerja

Timbang 10,00 g contoh tanah ke dalam botol kocok, tambahkan 50 ml air bebas ion. Kocok dengan mesin pengocok selama 30 menit. Ukur DHL atau salinitas suspensi tanah dengan konduktometer yang telah dikalibrasi menggunakan larutan baku NaCl dan baca setelah angka mantap. Setiap akan melakukan kalibrasi dan mengukur contoh elektroda dicuci dan dikeringkan dengan tisu. Nilai DHL dilaporkan dalam satuan  $\text{dS m}^{-1}$  menggunakan tiga decimal.

*Catatan:*

- Prosedur diatas menggunakan rasio 1:5
- Rasio dapat berubah sesuai jenis contoh dan permintaan
- $1 \text{ dS m}^{-1} = 1 \text{ mS cm}^{-1} = 1 \text{ mmho cm}^{-1} = 1.000 \mu\text{S cm}^{-1} = 1.000 \mu\text{mho cm}^{-1}$

### DAFTAR ACUAN

- ISRIC, 1993. Procedures for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.) Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands. 4<sup>th</sup> ed. p.100.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemicals Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.
- Sudjadi, M., I.M. Widjick S., dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.

## 4. Penetapan Kemasaman Dapat Diekstrak ( $\text{BaCl}_2$ -TEA)

### 4.1. Dasar penetapan

Contoh dikocok dengan larutan sangga  $\text{BaCl}_2$ -TEA pH 8,2. Setelah disaring, larutan dititar dengan asam untuk menghitung kelebihan basa.

### 4.2. Alat-alat

- Buret
- Mesin kocok
- Sentrifus

### 4.3. Pereaksi

- Larutan sangga  $\text{BaCl}_2$ -TEA 0,25 M  
Dilutkan 61 g  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan 27 ml TEA dengan air dan impitkan hingga 1 l. Dijadikan pH 8,2 dengan HCl 6 M
- Larutan baku HCl 0,1 N  
Dilutkan standar titrisol 0,1000 N HCl ke dalam labu ukur, impitkan dengan air bebas ion.
- Larutan Bromokresol Green 0,1%  
Dilutkan 250 mg Bromokresol Green dalam 250 ml air bebas ion.

- Campuran larutan penunjuk  
Dilarutkan 310 mg merah metyl dan 210 mg biru metylen dalam 250 ml ethanol 96%.

#### 4.4. Cara kerja

Ditimbang 2.500 g contoh ke dalam botol kocok 50 ml. Tambahkan 25 ml larutan sangga dan kocok hingga 16 jam. Kemudian sentrifus atau disaring. Pipet 10 ml contoh ke dalam erlenmeyer dan tambahkan 20 ml air. Tambahkan satu tetes larutan BCG dan lima tetes larutan penunjuk campur. Titar dengan HCl 0,1 N hingga berubah warna. Dikerjakan untuk blanko.

#### 4.5 Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kemasaman Dapat Diekstrak} &= (\text{ml blanko} - \text{ml contoh}) \times N \text{ HCl} \times 25/10 \times \\ &(\text{cmol}(+)\text{kg}^{-1}) 1000/2,5 \times 10^{-1} \times \text{fk} \\ &= (\text{ml blanko} - \text{ml contoh}) \times N \text{ HCl} \times 100 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ml blanko dan ml contoh	= volume titran untuk blanko dan contoh
N HCl	= normalitas titran
25/10	= konversi dari 10 ml ke 25 ml ekstrak
1000/2,5	= konversi dari 5 g ke kg contoh
10 <sup>-1</sup>	= konversi mmol (+) ke cmol (+)
Faktor koreksi kadar air (fk)	= 100 / (100 - % kadar air)

### DAFTAR ACUAN

- Blackemore, L.C., P.L. Scarle, and B.K. Daily. 1981. Methods for Chemical Analysis of Soil. N.Z. Soil Bureau Sci.Rep.10A. Soil Bureau, Lower Hutt, New Zealand.
- USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4,0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.

## 5. Penetapan Erapan Fosfat

### 5.1 Dasar penetapan

Pengekstrak CaCl<sub>2</sub> 0,01 M dapat menghasilkan ekstrak yang jernih dan dianggap sesuai dengan kekuatan ion larutan di dalam tanah dari daerah temperate. Oleh karena reaksi keseimbangan antara P dalam larutan dengan komponen-komponen tanah berjalan lambat, maka diperlukan waktu untuk mencapai kesetimbangan minimum 6 hari. Berdasarkan kurva hubungan P dalam larutan dengan P erap, maka jumlah pupuk P yang diperlukan untuk mencapai batas kritis konsentrasi P terlarut dapat ditentukan. Sifat-sifat erapan P tanah seperti kapasitas erap dan daya erap P dapat pula ditentukan berdasarkan data ini dengan menggunakan model erapan P.

## 5.2 Alat-alat

- Alat sentrifusi
- Tabung sentrifusi 50 ml
- Pipet isi dan pipet ukur
- Mesin kocok
- Tabung reaksi
- Spektrofotometer UV-VIS

## 5.3 Pereaksi

- Larutan  $\text{CaCl}_2$  0,1 M  
Larutkan 14,7 g  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Larutan  $\text{CaCl}_2$  0,01 M  
Larutan  $\text{CaCl}_2$  0,1 M diencerkan 10 x dengan air bebas ion.
- Larutan 500 ppm P  
Larutkan 2,1954  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  p.a. (yang telah dikeringkan pada  $130^\circ\text{C}$  selama 2 jam) dengan air bebas ion di dalam labu ukur 1.000 ml, tambahkan beberapa tetes kloroform, kemudian diimpitkan sampai tanda garis.
- Pereaksi P pekat  
Larutkan 12 g  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dengan 100 ml air bebas ion dalam labu ukur 1 l. Tambahkan 0,277 g  $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$  0,5  $\text{H}_2\text{O}$  dan secara perlahan 140 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- Pereaksi pewarna P Pekat  
Campurkan 1,06 g asam askorbat dan 100 ml pereaksi P pekat, kemudian dijadikan 1 l dengan air bebas ion. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- Larutan deret kepekatan P (0-50 ppm)  
Dipipet 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10 ml standar pokok 500 ppm P ke dalam labu ukur 100 ml. Masing-masing ditambahkan 10 ml larutan  $\text{CaCl}_2$  0,1 M dan kemudian diimpitkan dengan air bebas ion. Larutan-larutan ini mempunyai kepekatan 0; 5; 10; 20; 30; 40 dan 50 ppm P ( $\mu\text{g P/ml}$ ). Deret kepekatan P dapat diubah sesuai keperluan (jenis tanah) dengan menambah atau mengurangi volume pemipetan standar pokok P.
- Standar P 50 ppm  
Dipipet 10 ml standar pokok 500 ppm P ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml larutan  $\text{CaCl}_2$  0,1 M dan kemudian diimpitkan dengan air bebas ion.
- Standar P 1 ppm  
Dipipet 2 ml standar 50 ppm P ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan larutan  $\text{CaCl}_2$  0,01 M hingga tepat 100 ml.
- Deret standar P (0-1 ppm)  
Dipipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 1 ppm P ke dalam tabung reaksi. Tambahkan larutan  $\text{CaCl}_2$  0,01 M sehingga volume masing-masing menjadi 10 ml. Bila menggunakan standar  $\text{PO}_4^{3-}$ , deret standar dibuat dengan kepekatan 0 – 4 ppm.

## 5.4 Cara kerja

Ditimbang 2,00 g tanah untuk setiap tingkat kepekatan P dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung sentrifusi. Masing-masing ditambah 20 ml larutan deret kepekatan P. Inkubasi selama 6 hari sambil dikocok  $2 \times 30$  menit  $\text{hari}^{-1}$  (pagi dan siang). Setelah selesai inkubasi, campuran disentrifus untuk mendapatkan cairan jernih. Dipipet 10 ml ekstrak jernih contoh dan deret standar P (0-1 ppm) ke dalam tabung kimia, ditambah 2 ml pereaksi pewarna P pekat, kocok dan biarkan selama 30 menit. Ukur absorbansi larutan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm.

## 5.5 Perhitungan

- P dalam larutan tanah ( $\mu\text{g P/ml}$ ) = ppm kurva
- P diserap ( $\mu\text{g P/g tanah}$ ) = (P ( $\mu\text{g P/ml}$ ) ditambahkan – P ( $\mu\text{g P/ml}$ ) larutan tanah)  $\times 10 \times \text{fk}$
- Dibuat kurva hubungan P dalam larutan (sumbu x) dengan P diserap (sumbu y) untuk setiap tingkat penambahan P pada kertas grafik semilog. Kebutuhan pupuk P untuk mencapai kadar P tertentu dalam larutan (misalnya 0,02 ppm P) dicari dari kurva.
- Penggunaan model erapan P (misalnya Langmuir) untuk hubungan P terlarut dan P diserap tanah dapat menjelaskan sifat-sifat erapan P tanah.

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
fp	=	faktor pengenceran (bila ada)
95/31	=	faktor konversi bentuk $\text{PO}_4$ menjadi P (bila digunakan)
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

## DAFTAR ACUAN

Fox, R.L. and E.J. Kamprath. 1970. Phosphate Sorption Isotherms for Evaluating the Phosphate Requirement of Soils. Soil Sci. Soc. Am. Pro. 34: 902-907

## 6. Penetapan Retensi Fosfat

### 6.1 Dasar penetapan

Daya retensi tanah terhadap fosfat ditetapkan dengan cara Blackmore. Contoh tanah ditambahkan larutan fosfat 1.000 ppm hingga tercapai kesetimbangan antara fosfat yang diserap dengan fosfat dalam larutan. Kadar fosfat dalam larutan diukur untuk menghitung persen fosfat yang ditahan oleh tanah.

### 6.2. Alat-alat

- Mesin kocok bolak-balik 180 goyangan per menit
- Alat sentrifusi dengan tabung sentrifuge 50 ml
- Alat dispenser/diluter
- Tabung reaksi
- Alat spektrofotometer

### 6.3. Pereaksi

- Larutan pengestrak 1.000 ppm P.  
Dalam labu ukur 1 l dilarutkan 4,40 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  dan 16,4 g natrium asetat anhidrous dengan 500 ml air bebas ion. Ditambah 11,5 ml asam asetat glasial dan diencerkan dengan air bebas ion sampai tanda 1 l.
- Larutan asam vanadate 5%  
Larutkan 0,5 g amonium vanadat ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ) dalam 500 ml air bebas ion mendidih, dinginkan dan tambahkan perlahan 70 ml  $\text{HNO}_3$  pekat. Encerkan larutan hingga 1 l dengan air bebas ion.
- Larutan amonium molibdat 1%  
Larutkan 10 g amonium molibdat  $\{(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}\}$  dalam 500 ml air bebas ion hangat. Setelah dingin encerkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Larutan campuran asam vanadomolibdat  
Campurkan satu bagian larutan asam vanadat dengan satu bagian larutan amonium molibdat.
- Larutan standar 0  
Larutkan 16,4 g natrium asetat anhidrous dan 11,5 ml asam asetat glasial dalam labu 500 ml dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Deret standar retensi - P  
Ke dalam tabung reaksi masing-masing dipipet : 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml larutan pengestrak 1.000 ppm P. Semuanya diencerkan dengan standar nol menjadi 10 ml. Deret ini mempunyai kepekatan: 0; 100; 200; 400; 600; 800 dan 1.000 ppm P atau: 100%; 90%; 80%; 60%; 40%; 20% dan 0% retensi P.

### 6.4. Cara kerja

Ditimbang contoh halus  $<2$  mm, sebanyak 2 g ke dalam tabung sentrifusi, ditambah 10 ml larutan retensi 1.000 ppm P dengan pipet. Dikocok selama satu malam (16 jam) dengan mesin pengocok. Sentrifusi pada 2.000 rpm selama 10 menit untuk mendapat ekstrak jernih. Dipipet 0,5 ml ekstrak jernih contoh dan deret standar ke dalam tabung kimia dan ditambah 9,5 ml pereaksi asam vanadomolibdat. Kocok dan dibiarkan 30 menit. Ukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 466 nm.

### 6.5. Perhitungan

$$\text{Retensi P (\%)} = \{1.000 - (\text{ppm kurva} \times \text{fp} \times \text{fk}) / 1.000\} \times 100$$

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
fp	=	faktor pengenceran (bila ada)
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$
1000	=	kadar P dalam pengestrak ( $\text{mg l}^{-1}$ )
100	=	konversi ke persen



## DAFTAR ACUAN

- Blackmore, L.C., P.L. Searle and B.K. Daly. 1981. Methods for Chemicals Analysis of Soils. N.Z. Soil Bureau Sci.Rep.10A. Soil Bureau, Lower Hutt. New Zealand.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemicals Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.

### 7. Penetapan Fraksionasi Fosfor Anorganik

#### 7.1. Dasar penetapan

Bentuk-bentuk senyawa fosfor anorganik dalam tanah ditetapkan berdasarkan perbedaan kelarutannya dalam pelarut yang berbeda. Prosedur yang digunakan di sini adalah metode Chang dan Jackson modifikasi yang membedakan enam bentuk P anorganik yang terdapat dalam tanah.

#### 7.2. Alat-alat

- Neraca tiga desimal
- Tabung sentrifuse
- Pipet volume 2 ml
- Pipet ukur 25 ml
- Pipet otomatis 0,5 ml

#### 7.3. Pereaksi

- Pereaksi P pekat  
Larutkan 12 g  $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dengan 100 ml air bebas ion dalam labu ukur 1 l. Tambahkan 0,277 g K  $(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$  0,5  $\text{H}_2\text{O}$  dan secara perlahan 140 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- Pereaksi pewarna P pekat  
Campurkan 1,06 g asam askorbat dan 100 ml pereaksi P pekat. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- Standar induk 1.000 ppm  $\text{PO}_4$  (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk  $\text{PO}_4$  Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1 l. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar 100 ppm  $\text{PO}_4$   
Dipipet 10 ml larutan standar induk 1.000 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Standar 10 ppm  $\text{PO}_4$   
Dipipet 10 ml larutan standar 100 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Deret standar  $\text{PO}_4$  (0-2 ppm)  
Dipipet berturut-turut 0; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ml larutan standar 10 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan pengekstrak yang digunakan untuk fraksi P yang bersangkutan hingga 100 ml.

- Larutan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1 N  
Ditimbang 53,49 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  diencerkan dengan air bebas ion menjadi 1 l
- Larutan  $\text{NH}_4\text{F}$  0,5 N  
Ditimbang 18,52 g  $\text{NH}_4\text{F}$  diencerkan dengan air bebas ion menjadi 1 l
- Larutan Natrium Dithionit Sitrat  
Ditimbang 88,23 g  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan 17 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$  diencerkan dengan air bebas ion menjadi 1 l
- Larutan  $\text{NaOH}$  1 N  
Ditimbang 40 g  $\text{NaOH}$  diencerkan dengan air bebas ion menjadi 1 l
- Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 N  
Dipipet 50 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  10 N diencerkan dengan air bebas ion menjadi 1 l

#### 7.4. Cara kerja

##### *Fraksi I ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ – P/ P-tersebut)*

Ditimbang 0,5 g contoh tanah ke dalam tabung sentrifusi, ditambah 25 ml  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1 N dan dikocok selama 30 menit. Setelah disentrifuse selama 10 menit pada 2.500 rpm, supernatan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Residu tanah dalam tabung disimpan untuk fraksi berikutnya. Dipipet 5 ml supernatan dan deret standar 0-2 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan 0,5 ml campuran pereaksi warna fosfat pekat, dikocok hingga homogen dan dibiarkan selama 30 menit. Kadar fosfat diukur dengan spektrofotometri pada panjang gelombang 889 nm.

##### *Fraksi II ( $\text{NH}_4\text{F}$ -P/Al-P)*

Residu tanah pada fraksi I diekstrak dengan 25 ml  $\text{NH}_4\text{F}$  0,5 N dikocok selama 1 jam, disentrifusi selama 10 menit pada 2.500 rpm, supernatan di masukan ke dalam Erlenmeyer. Residu tanah disimpan dalam tabung untuk fraksi selanjutnya. Dipipet 5 ml larutan supernatan dan deret standar 0-2 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam tabung reaksi ditambahkan 5 ml asam borat 2% dan 0,5 ml campuran pereaksi warna fosfat pekat, dikocok hingga homogen dan dibiarkan selama 30 menit kemudian diukur kadar fosfatnya dengan spektrofotometri pada panjang gelombang 889 nm.

##### *Fraksi III ( $\text{NaOH}$ -P/ Fe-P)*

Residu tanah pada fraksi II dicuci dengan larutan  $\text{NaCl}$  jenuh sebanyak 2 x 12,5 ml disentrifuse dan dibuang larutan pencucinya, kemudian diekstrak dengan 25 ml  $\text{NaOH}$  0,1 N dikocok selama 17 jam, disentrifuse selama 10 menit pada 2.500 rpm, hasil ekstrak di masukan ke dalam Erlenmeyer. Residu tanah disimpan dalam tabung disimpan untuk fraksi selanjutnya. Jika larutan keruh ditambahkan beberapa tetes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat hingga koloid mengendap. Dipipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung reaksi, ditambahkan 4 ml  $\text{H}_2\text{O}$  dan 0,5 ml pereaksi warna P pekat, dikocok hingga homogen dan dibiarkan selama 30 menit. Kadar fosfat diukur dengan spektrofotometri pada panjang gelombang 889 nm.

##### *Fraksi IV (Natrium dithionit sitrat-P/Fe-P larut dalam pereduksi)*

Residu tanah pada fraksi III dicuci dengan larutan  $\text{NaCl}$  jenuh sebanyak 2 x 12,5 ml disentrifusi dan dibuang larutan pencucinya. Tambahkan 25 ml larutan natrium ditionit-sitrat, dikocok selama 16 jam, disentrifuse selama 10 menit pada 2.500 rpm, supernatan

dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Residu tanah disimpan dalam tabung untuk fraksi selanjutnya. Dipipet 10 ml cairan jernih hasil ekstrak ke dalam tabung digest lalu dipanaskan pada suhu 100°C hingga cairan tinggal sekitar 1 ml dan didinginkan. Tambahkan 0,5 ml HClO<sub>4</sub> 65% dan 2 ml HNO<sub>3</sub> pekat kemudian dipanaskan sekitar suhu 200°C sampai cairan yang tinggal tidak lebih dari 1 ml, didinginkan. Pindahkan hasil destruksi secara kuantitatif ke dalam labu 50 ml dan encerkan hingga 50 ml dengan air bebas ion. Dipipet 5 ml larutan supernatan ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan 0,5 ml campuran pereaksi warna fosfat pekat, dikocok hingga homogen dan dibiarkan selama 30 menit. Kadar fosfat diukur dengan spektrofotometri pada panjang gelombang 889 nm.

**Fraksi V (NaOH-P/Fe,Al-P terselubung)**

Residu tanah pada fraksi IV dicuci dengan larutan NaCl jenuh sebanyak 2 x 12,5 ml disentrifuse dan dibuang larutan pencucinya. Tambahkan 25 ml NaOH 1 N, dikocok selama 2,5 jam, disentrifuse selama 10 menit pada 2.500 rpm. Supernatan dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan 1-4 tetes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat. Residu tanah dalam tabung disimpan untuk fraksi selanjutnya. Dipipet 5 ml larutan supernatan ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan 0,5 ml campuran pereaksi warna fosfat pekat, dikocok hingga homogen dan dibiarkan selama 30 menit. kadar fosfat diukur dengan spektrofotometri pada panjang gelombang 889 nm.

Catatan :

- Penambahan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dilakukan bila ekstrak berupa dispensi koloid
- Pada pengukuran deret standar dan ekstrak contoh diencerkan 10x

**Fraksi VI (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-P/Ca-P)**

Residu tanah pada fraksi V dicuci dengan larutan NaCl jenuh sebanyak 2 x 12,5 ml disentrifuse dan dibuang larutan pencucinya. Tambahkan 25 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 N, dikocok selama 1 jam dan disentrifusi selama 10 menit pada 2.500 rpm. Supernatan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Dipipet 5 ml larutan supernatan dan deret standar 0-2 ppm PO<sub>4</sub> ke dalam tabung reaksi, (deret standar dan contoh diencerkan 10x) dan ditambahkan 0,5 ml campuran pereaksi warna fosfat pekat, dikocok hingga homogen dan dibiarkan selama 30 menit. Kadar fosfat diukur dengan spektrofotometri pada panjang gelombang 889 nm.

**7.5. Perhitungan**

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar P (ppm)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 \text{(Fraksi IV)} &= \text{ppm kurva} \times 25 / 1.000 \times 1.000 / 0,5 \times 10 \text{ ml} / 10 \text{ ml} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 250 \times \text{fk} \\
 \text{Kadar P (ppm)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 \text{(Fraksi lainnya)} &= \text{ppm kurva} \times 25 / 1.000 \times 1.000 / 0,5 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 50 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

- ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
- fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

## DAFTAR ACUAN

Hesse, P.R. 1971. A Textbook of Soil Chemical Analysis. Chemical Publishing Co., Inc. New York. p. 520.

### 8. Penetapan Besi, Aluminium dan Mangan Ekstrak Dithionit-Sitrat

#### 8.1. Dasar penetapan

Larutan dithionit-sitrat mengekstrak besi, aluminium dan mangan bebas, yaitu dalam bentuk hidrus-oksida. Contoh tanah dikocok dengan larutan campuran natrium sitrat dan natrium ditionit yang bersifat pengompleks dan pereduksi. Besi, aluminium dalam ekstrak diukur dengan SSA.

#### 8.2. Alat-alat

- Neraca tiga desimal
- Labu ukur 100 ml
- Pipet ukur 10 ml
- Pipet isi 5 ml
- Pipet isi 20 ml
- Botol kocok 100 ml
- SSA

#### 8.3. Pereaksi

- Larutan dithionit-sitrat  
Ditimbang 510 g Na-sitrat ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dan 50 g Na-ditionit ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ ) ditambah air bebas ion hingga volume 3 l. (Pengekstrak harus segar, jadi pengekstrak dibuat ketika akan digunakan)
- Larutan standar 0 dithionit-sitrat  
Dipipet 2 ml dithionit-sitrat ke dalam labu ukur 100 ml impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda tera.
- Standar pokok Fe, Mn dan Al masing-masing 1.000 ppm  
(Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk logam berat Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok).
- Standar campur Fe (100 ppm) dan Mn (100 ppm)  
Dipipet masing-masing dan 10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Fe dan 10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mn. Dicampurkan dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Standar campur Fe (10 ppm), Mn (10 ppm) dan Al (50 ppm)  
Dipipet 10 ml standar campur Fe (100 ppm) dan Mn (100 ppm), dan 5 ml standar pokok Al (1.000 pm) ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 2 ml dithionit sitrat impitkan dengan air bebas ion sampai tanda tera.

- Deret standar campuran Fe (0-10 ppm), Mn (0-10 ppm), dan Al (0-50 ppm)  
Dipipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan larutan standar 0 ditionit-sitrat hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml, kocok.  
Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	1	2	4	6	8	10	ppm Fe
0	1	2	4	6	8	10	ppm Mn
0	5	10	20	30	40	50	ppm Al

#### 8.4. Cara kerja

Timbang 1.000 g contoh tanah halus (<0,5 mm) ditambah 60 ml dithionit sitrat dikocok 16 jam. Disaring atau sentrifusi untuk mendapatkan supernatan (larutan jernih). Supernatan diencerkan 50 kali dengan air bebas ion. Fe, Mn dan Al dalam larutan encer diukur dengan SSA menggunakan deret standar campuran Fe, Mn dan Al sebagai pembanding.

#### 8.5. Perhitungan

$$\begin{aligned}
 \text{Fe, Mn, Al (\%)} &= \\
 &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 60 / 1.000 \times 100 / 1.000 \times 50 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 0,3 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

$$\begin{aligned}
 \text{ppm kurva} &= \text{kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.} \\
 100 &= \text{konversi ke \%} \\
 \text{fk} &= \text{faktor koreksi kadar air} = 100 / (100 - \% \text{ kadar air})
 \end{aligned}$$

#### DAFTAR ACUAN

ISRIC, 1993. Procedure for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.). Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen. The Netherlands. 4<sup>th</sup> edition. p. 100.

### 9. Penetapan Besi, Aluminium dan Silikon Ekstrak Amonium Oksalat

#### 9.1. Dasar penetapan

Larutan asam oksalat dapat melarutkan senyawa besi, aluminium dan silika yang aktif, yaitu senyawa-senyawa dalam bentuk amorf. Besi, aluminium dan silika dalam ekstrak diukur dengan SSA.

## 9.2. Alat-alat

- Neraca tiga desimal
- Labu ukur 1 l
- Labu ukur 100 ml
- Botol kocok 100 ml warna gelap
- Pipet ukur 10 ml
- Pipet isi 5 ml
- SSA

## 9.3. Pereaksi

- Amonium oksalat asam 0,2 M pH 3  
Ditimbang 81,00 g  $\text{NH}_4$ -oksalat  $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$  dan 54,00 g asam oksalat  $(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$  ditambah air bebas ion hingga volume sekitar 4,5 l. Atur pH larutan menjadi tiga dengan menambahkan larutan  $\text{NH}_4$ -oksalat atau asam oksalat dan tambahkan air bebas hingga 5 l.  
Larutan  $\text{NH}_4$ -oksalat untuk menaikkan pH  
Timbang 16,00 g  $\text{NH}_4$ -oksalat ditambahkan air bebas ion hingga volume 1 l.  
Larutan asam oksalat untuk menurunkan pH  
Timbang 11,00 g asam oksalat ditambahkan air bebas ion hingga volume 1 l.
- Standar 0 amonium oksalat asam  
Dipipet 5 ml amonium oksalat asam ke dalam labu ukur 100 ml impitkan dengan air bebas ion sampai tanda tera.
- Standar pokok Fe, Al dan Si masing-masing 1.000 ppm  
(Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk logam berat Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok).
- Standar Fe (100 ppm)  
Dipipet 10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Fe ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Standar campur Fe (10 ppm), Al (50 ppm) dan Si (100 ppm)  
Dipipet 10 ml standar Fe (100 ppm), 5 ml standar induk Al (1.000 ppm) dan 10 ml standar pokok Si (1.000 pm) ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 5 ml amonium oksalat asam, impitkan dengan air bebas ion sampai tanda tera.
- Deret standar campuran Fe (0-10 ppm), Al (0-50 ppm), dan Si (0-100 ppm)  
Dipipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan larutan standar 0 amonium oksalat asam hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml, kocok.

### Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	1	2	4	6	8	10	ppm Fe
0	5	10	20	30	40	50	ppm Al
0	10	20	40	60	80	100	ppm Si

#### 9.4. Cara kerja

Timbang 1,000 g contoh tanah halus (<0,5 mm) ke dalam botol kocok berwarna gelap. Tambahkan 50 ml pengekstrak asam amonium oksalat dikocok 4 jam. Saring atau disentrifuse untuk mendapatkan supernatan. Supernatan diencerkan 20 kali dengan air bebas ion. Fe, Al dan Si dalam larutan encer diukur dengan SSA menggunakan deret standar campuran Fe, Al dan Si sebagai pembanding.

#### 9.5. Perhitungan

$$\begin{aligned}\text{Fe, Al, Si (\%)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/1.000 \times 20 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,1 \times \text{fk}\end{aligned}$$

Keterangan:

$$\begin{aligned}\text{ppm kurva} &= \text{kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.} \\ 100 &= \text{konversi ke \%} \\ \text{fk} &= \text{faktor koreksi kadar air} = 100/(100 - \% \text{ kadar air})\end{aligned}$$

### DAFTAR ACUAN

ISRIC, 1993. Procedure for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.). Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen. The Netherlands. 4<sup>th</sup> edition. p. 100.

## 10. Penetapan Besi dan Aluminium Ekstrak Natrium Pirofosfat

### 10.1. Dasar penetapan

Larutan natrium pirofosfat dapat melarutkan senyawa besi dan aluminium yang terikat dengan bahan organik. Larutan natrium pirofosfat secara selektif mengekstrak besi dan aluminium yang membentuk senyawa kompleks dengan bahan organik tanah. Besi dan aluminium terekstrak diukur dengan SSA.

### 10.2. Alat-alat

- Neraca tiga desimal
- Botol kocok 250 ml
- Labu ukur 1.000 ml
- Labu ukur 100 ml
- Pipet ukur 10 ml
- Pipet isi 20 ml
- SSA

### 10.3. Preaksi

- Natrium Pirofosfat 0,1 M  
Ditimbang 223,0 g natrium pirofosfat ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ) tambahkan air bebas ion hingga 5 l.  
Atau

Natrium Polifosfat 0,1 M

Ditimbang 10,20 g natrium polifosfat ( $\text{NaPO}_3$ )<sub>n</sub> tambahkan air bebas ion hingga 1 l.

- Standar 0 natrium pirofosfat  
Dipipet 20 ml natrium pirofosfat ke dalam labu 100 ml impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda tera.
- Standar pokok Fe dan Al masing-masing 1.000 ppm  
(Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk logam berat Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok).
- Standar Fe (100 ppm)  
Dipipet 10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Fe ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Standar campur Fe (10 ppm) dan Al (50 ppm)  
Dipipet 10 ml standar Fe (100 ppm) dan 5 ml standar induk Al (1.000 ppm) ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 20 ml larutan Na-pirofosfat impitkan dengan air bebas ion sampai tanda tera.
- Deret standar campuran Fe (0-10 ppm) dan Al (0-50 ppm)  
Dipipet standar campur Fe dan Al sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan larutan standar 0 Na-pirofosfat hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml, kocok.  
Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	1	2	4	6	8	10	ppm Fe
0	5	10	20	30	40	50	ppm Al

#### 10.4. Cara kerja

Timbang 1.000 g contoh tanah halus (<0,5 mm), ditambah 100 ml pengestrak natrium pirofosfat dan dikocok selama 16 jam. Disaring atau disentrifusi untuk mendapatkan supernatan. Supernatan diencerkan lima kali dengan air bebas ion. Fe dan Al dalam larutan encer diukur dengan SSA menggunakan deret standar campuran Fe dan Al sebagai pembanding.

#### 10.5. Perhitungan

$$\begin{aligned}\text{Fe dan Al (\%)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100 / 1.000 \times 100 / 1.000 \times 5 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,05 \times \text{fk}\end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.

100 = konversi ke %

fk = faktor koreksi kadar air =  $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$



## DAFTAR ACUAN

ISRIC, 1993. Procedure for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.). Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen. The Netherlands. 4<sup>th</sup> edition. p. 100.

### 11. Penetapan Karbonat

#### 11.1. Dasar Penetapan

Senyawa karbonat dapat terakumulasi selama proses pembentukan tanah atau berasal dari bahan induk tanah. Senyawa karbonat anorganik terutama terdapat dalam tanah sebagai kalsit ( $\text{CaCO}_3$ ) dan dolomit ( $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$ ). Di sini digunakan metode titrasi kembali oleh Piper. Tanah diberi larutan asam berlebih, kelebihan asam dititrasi dengan larutan basa baku menggunakan PP sebagai indikator. Kadar kapur dinyatakan sebagai setara kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ). Penetapan karbonat hanya dilakukan pada tanah-tanah dengan  $\text{pH} \geq 6,5$ . Tanah-tanah yang ber-pH di bawah 6,5 pada umumnya tidak mengandung karbonat.

#### 11.2. Alat-alat

- Neraca dengan ketelitian 1mg
- Mesin kocok
- Buret digital + pengaduk magnet
- Labu 1000 ml
- Labu ukur 500 ml
- Botol Kocok 250 ml
- Erlenmeyer 100 ml
- Pipet volume 10 ml

#### 11.3. Pereaksi

- Air bebas ion dan  $\text{CO}_2$   
Didihkan air bebas ion dan biarkan dingin kembali.
- Asam klorida (HCl) 37% G.R.
- HCl 0,2 N  
Masukkan sekitar 800 ml air bebas ion ke dalam labu ukur 1000 ml. Tambahkan 17 ml HCl 37% secara perlahan dan sambil diaduk. Impitkan sampai tanda tera dengan air bebas ion, kocok.
- HCl 1 N  
Masukkan isi ampul titrisol HCl 1N ke dalam labu ukur 1000 ml lalu impitkan sampai dengan tanda tera dengan air bebas ion, kocok.
- HCl 0,1 N  
Pipet 100 ml titrisol HCl 1N ke dalam labu ukur 1000 ml lalu impitkan sampai dengan tanda tera dengan air bebas ion, kocok.
- NaOH 1 N  
Masukkan titrisol NaOH 1N ke dalam labu ukur 1000 ml lalu impitkan sampai dengan tanda tera dengan air bebas ion, kocok.

- NaOH 0,1 N  
Dipipet 10 ml NaOH 1 N ke dalam labu 100 ml lalu impitkan sampai dengan tanda tera dengan air bebas ion, kocok. Tetapkan normalitas larutan ini dengan larutan HCl 0,1 N setiap kali akan digunakan.
- Indikator PP  
Ditimbang 0,500 g pp dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml diencerkan menggunakan alkohol sampai dengan 100 ml, Kocok
- CaCO<sub>3</sub> G.R.

#### 11.4. Cara Kerja

Ditimbang masing-masing 5,00 g contoh tanah dan 0,500 g serbuk CaCO<sub>3</sub> (sebagai contoh standar) ke dalam botol kocok. Ditambahkan 100 ml HCl 0,2 N, kocok dengan tangan. Tutup botol dipasang longgar (keluar CO<sub>2</sub>) dan biarkan semalam. Esok harinya, kencangkan tutup botol dan kocok selama 2 jam dengan mesin kocok. Biarkan tanah mengendap atau saring untuk mendapatkan larutan jernih.

Ekstrak jernih dipipet 10 ml ke dalam erlenmeyer 100 ml. Ditambahkan sekitar 25 ml bebas ion dan 3 tetes indikator PP, lalu dititar dengan NaOH 0,1 N hingga berwarna merah muda (bila menggunakan titrator otomatis, titik akhir diatur ke pH 7,8). Hasil penitiran dicatat.

Penitiran dilakukan juga untuk standar CaCO<sub>3</sub> dan blanko.

#### 11.5. Perhitungan

Setara CaCO<sub>3</sub> (%)

$$= \frac{(\text{ml blanko} - \text{ml contoh}) \times N \text{ NaOH} \times 50 \times 100 \text{ ml/10 ml} \times 100/\text{mg}}{\text{contoh} \times \text{fk}}$$

$$= (\text{ml blanko} - \text{ml contoh}) \times N \text{ NaOH} \times 50/\text{g contoh} \times \text{fk}$$

#### Keterangan:

ml blanko	=	ml NaOH 0,1 N yang digunakan untuk titrasi blanko
ml contoh	=	ml NaOH 0,1 N yang digunakan untuk titrasi contoh
50	=	berat setara CaCO <sub>3</sub>
100	=	konversi ke %
fk	=	faktor koreksi kadar air

### DAFTAR ACUAN

ISRIC, 1993. Procedure for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.). Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen. The Netherlands. 4<sup>th</sup> edition. p. 100

## 12. Penetapan Hara Makro dan Mikro Ekstrak Morgan-Wolf

### 12.1 Dasar penetapan

Pengekstrak Morgan (Natrium asetat, pH 4,8) digunakan untuk menentukan ketersediaan unsur hara dalam tanah. pH 4,8 dimaksudkan untuk mendekati pH tanah

yang berada sekitar perakaran tanaman. Kation-kation dan anion-anion dapat larut dengan baik dalam pengekstrak ini. Pengekstrak ini cocok untuk tanah ber-pH masam sampai hampir netral.

Penambahan DTPA ke dalam pengekstrak Morgan meningkatkan kemampuan mengekstrak logam-logam. Pengekstrak Morgan Wolf ini digunakan untuk menetapkan ketersediaan unsur-unsur makro  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{NO}_3^-$ , P, K, Ca, Mg,  $\text{SO}_4^{2-}$  serta unsur-unsur mikro Fe, Mn, Cu, Zn dan B dari tanah.

## 12.2 Alat-alat

- Neraca tiga desimal
- Tabung reaksi
- Dispenser 25 ml
- Kertas saring
- Botol kocok plastik 100 ml
- Pipet volume 1, 2 dan 5 ml
- Pipet ukur 10 ml
- Mesin kocok bolak balik 180 goyangan per menit
- Spektrofotometer serapan atom (SSA)
- Spektrofotometer UV-Vis

## 12.3 Pereaksi

- Pengekstrak Morgan-Wolf  
Ditimbang 100 g Na-asetat ( $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) dalam labu ukur 1.000 ml ditambah 30 ml asam asetat glasial dan 0,05 g DTPA. Diencerkan dengan air bebas ion sampai 950 ml. Atur pH sampai 4,8 dengan penambahan asam asetat. Setelah pH nya tercapai impitkan sampai tanda garis 1.000 ml dan dikocok.
- Karbon aktif
- Pengekstrak Morgan-Wolf pekat dua kali  
Cara kerja seperti pembuatan pengekstrak Morgan-Wolf dengan menggunakan bahan dua kali, kecuali pengenceran tetap hingga 1 l.
- Standar pokok 1.000 ppm N- $\text{NH}_4^+$   
Ditimbang 4,7143 serbuk  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  p.a. (kering 105 °C) ke dalam labu ukur 1 l. Tambahkan air bebas ion hingga tepat 1 l dan kocok hingga larutan homogen.
- Standar 20 ppm N- $\text{NH}_4$  dibuat dengan memipet 2 ml standar pokok 1.000 ppm N ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan pengekstrak Morgan-Wolf hingga tepat 100 ml.
- Deret standar 0-20 ppm N- $\text{NH}_4^+$   
Dipipet 0, 1, 2, 4, 6, 8 dan 10 ml standar 20 ppm N- $\text{NH}_4^+$  masing-masing ke dalam tabung reaksi. Tambahkan pengekstrak Morgan-Wolf hingga semuanya menjadi 10 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan 0, 2, 4, 8, 12, 16 dan 20 ppm N. Lakukan pengocokan pada setiap pencampuran.

- Larutan Na – Fenat pekat  
Ditimbang 56,3 g serbuk NaOH p.a. dan dilarutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion secara perlahan sambil diaduk. Setelah dingin ditambahkan 137 g serbuk fenol, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga 1 liter, kocok. Simpan dalam botol berwarna gelap.
- Larutan Na – Fenat encer
- Tambahkan 250 ml larutan fenolat pekat ke dalam 250 ml air bebas ion. Simpan dalam botol berwarna gelap, aduk dan siap digunakan.
- Larutan sangga Tartrat  
Ditimbang 50 g serbuk NaOH p.a. dan dilarutkan secara perlahan sambil diaduk dengan sekitar 500 ml air bebas ion di dalam labu ukur 1 l. Setelah dingin tambahkan 50 g serbuk K, Na-tartrat dan aduk hingga larut. Diencerkan dengan air bebas ion sampai 1 l.
- Natrium hipoklorit (NaOCl) 5%
- Standar pokok 1.000 ppm N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>  
Dilarutkan 7,218 g serbuk KNO<sub>3</sub> p.a. (kering 105 °C) dengan air bebas ion di dalam labu ukur hingga 1 l.
- Standar pokok 1.000 ppm S-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>  
Ditimbang 5,4459 g K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p.a. (kering 105 °C) ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dan impitkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Standar campur 50 ppm S-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> dan 10 ppm N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>  
Dipipet 5 ml standar pokok 1.000 ppm S-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> dan 1 ml standar pokok 1.000 ppm N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup> ke dalam labu ukur 100 ml. Encerkan dengan pengeksrak Morgan-Wolf hingga 100 ml.
- Deret standar campur SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>(0-50 ppm S) dan NO<sub>3</sub><sup>-</sup> (0-10 ppm N)  
Dipipet standar campur 50 ppm S-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> dan 10 ppm N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup> sebanyak 0, 1, 2, 4, 6, 8 dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan pengeksrak Morgan-Wolf.
- Larutan brucine 2%  
Dilarutkan 2 g brucine dengan pengeksrak Morgan-Wolf hingga 100 ml.
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (95-97%) p.a.
- Larutan BaCl<sub>2</sub>-Tween  
Ditimbang 6 g serbuk BaCl<sub>2</sub> p.a. ke dalam botol kocok 250 ml, ditambahkan 4 ml Tween 80 dan botol digoyangkan agar campuran merata. Campuran dibiarkan semalam, selanjutnya ditambah 100 ml air bebas ion dan dikocok selama 2 jam hingga serbuk BaCl<sub>2</sub> terlarut sempurna. Larutan dibiarkan semalam sebelum digunakan.
- Larutan asam campur  
Ke dalam labu ukur 1 l yang berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, ditambahkan secara perlahan berturut-turut 250 ml CH<sub>3</sub>COOH glasial, 100 ml HCl pekat dan 100 ml H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> pekat, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 l.

- Pereaksi P pekat  
Dilarutkan 12 g  $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dalam 100 ml air. Tambahkan 140 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan 0,227 g  $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$ . Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- Pereaksi pewarna P pekat  
Ditimbang 0,53 g asam ascorbat ke dalam gelas piala 100 ml, ditambah 50 ml pereaksi P pekat.
- Standar Tritisol  $\text{PO}_4$  1000 ppm
- Standar  $\text{PO}_4$  100 ppm  
Dipipet 10 ml standar pokok 1000 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 25 ml pengekstrak Morgan-Wolf pekat empat kali dan kemudian diimpitkan dengan air bebas ion.
- Standar  $\text{PO}_4$  20 ppm  
Dipipet 2 ml standar 100 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan pengekstrak Morgan-Wolf hingga tepat 100 ml.
- Deret standar  $\text{PO}_4$  (0-20 ppm)  
Dipipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 1 ppm P ke dalam tabung reaksi. Tambahkan pengekstrak Morgan-Wolf sehingga volume masing-masing menjadi 10 ml.
- Standar campur 100 ppm K, 10 ppm Mg, 250 ppm Ca.  
Dipipet masing-masing:  
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm K  
25,0 ml standar pokok 1.000 ppm Ca  
1,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mg  
Dicampurkan dalam labu ukur 100 ml, ditambahkan 50 ml pengekstrak Morgan-Wolf pekat dua kali, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Standar campur 10 ppm K, 1 ppm Mg, 25 ppm Ca.  
Dipipet 10 ml Standar campur 100 ppm K, 10 ppm Mg dan 250 ppm Ca, ditambahkan 50 ml pengekstrak Morgan-Wolf pekat dua kali, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campur K (0-10 ppm), Ca (0-25 ppm), dan Mg (0-1 ppm)  
Dipipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan Morgan-Wolf.
- Larutan Lanthan 2,5%  
Timbang 66,8467 g  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , ditambahkan 10 ml HCl 25% dan dilarutkan dengan air bebas ion, kemudian diimpitkan tepat 1 l.
- Standar pokok Fe, Al, Mn, Cu dan Zn masing-masing 1.000 ppm.  
Gunakan larutan standar Titrisol.

- Deret standar Al (50 ppm)  
Dipipet 5 ml standar pokok Al 1.000 ppm ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 25 ml pengekstrak Morgan-Wolf pekat empat kali dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar Al (0-50 ppm)  
Dipipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 50 ppm Al ke dalam tabung reaksi. Tambahkan pengekstrak Morgan-Wolf hingga 10 ml.
- Standar campur Fe (100 ppm), Mn (100 ppm), Cu (50 ppm), dan Zn (25 ppm).  
Dipipet masing-masing:  
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Fe  
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mn  
5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Cu  
2,5 ml standar pokok 1.000 ppm Zn  
Dicampurkan dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 50 ml pengekstrak Morgan-Wolf pekat dua kali dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campur Fe (0-100 ppm), Mn (0-100 ppm), Cu (0-50 ppm), dan Zn (0-25 ppm)  
Dipipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan pengekstrak Morgan-Wolf hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml.
- Larutan standar 2 ppm B  
Dipipet 2 ml larutan standar 100 ppm B ke dalam labu ukur 100 ml. Diencerkan dengan pengekstrak Morgan-Wolf hingga 100 ml.
- Larutan sangga  
Larutkan 100 g  $\text{NH}_4$ -Asetat, 10 g EDTA-4Na (Titriplex II) dan 4 g nitrilotriacetic acid (NTA) (Titriplex I) dengan 160 ml air bebas ion di dalam botol plastik. Ditambahkan perlahan 50 ml asam asetat glasial dan diaduk hingga homogen.
- Azomethine-H  
Larutkan 0,25 g azomethine-H dan 0,5 g asam askorbat dengan sekitar 25 ml air bebas ion di dalam erlenmeyer plastik 50 ml. Erlenmeyer direndam dalam air panas hingga larutan menjadi jernih. Simpan pereaksi ini dalam botol plastik berwarna gelap.

## 12.4 Cara kerja

Ditimbang 20,00 g contoh tanah halus <2 mm dalam botol kocok 100 ml, tambahkan 1 ml karbon aktif dan 40 ml pengekstrak Morgan Wolf. Kocok selama 5 menit dengan mesin pengocok pada minimum 180 goyangan/menit. Saring dengan kertas saring Whatman No.1 untuk mendapatkan ekstrak yang jernih.

### 12.4.1 Pengukuran $\text{NH}_4^+$

#### Pengukuran $\text{NH}_4$ dengan Spektrofotometer

Pipet ke dalam tabung reaksi masing-masing 2 ml ekstrak contoh dan deret standar. Tambahkan berturut-turut larutan sangga Tartrat dan Na-fenat masing-masing sebanyak 4 ml, kocok dan biarkan 10 menit. Tambahkan 4 ml  $\text{NaOCl}$  5%, kocok dan

diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 660 nm setelah 10 menit sejak pemberian pereaksi ini.

Catatan: Warna biru indofenol yang terbentuk kurang stabil. Upayakan agar diperoleh waktu yang sama antara pemberian pereaksi dan pengukuran untuk setiap deret standar dan contoh.

#### **Pengukuran $\text{NH}_4$ Auto Analyzer**

Nyalakan alat sesuai prosedur operasional alat. Tuangkan ekstrak yang telah ke dalam cup sampel. Masukkan tubing reagen ke dalam botol masing-masing reagen. Ukur ekstrak jernih dengan deret standar N sebagai pembanding, hasil pengukuran diprint.

#### **12.4.2 Pengukuran $\text{NO}_3^-$**

Dipipet masing-masing 5 ml ekstrak contoh dan deret standar ke dalam tabung reaksi. Ditambahkan berturut-turut 0,5 ml larutan brucine dan 5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat p.a. sambil dikocok. Kocok dengan pengocok tabung sampai homogen dan biarkan 30 menit. Setelah 30 menit larutan diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 392.4 nm.

#### **12.4.3 Pengukuran P**

Dipipet masing-masing 5 ml ekstrak contoh dan deret standar P ke dalam tabung kimia. Ditambahkan 0,5 ml pereaksi pewarna P Pekat. Kocok dengan pengocok tabung sampai homogen dan biarkan 30 menit. P dalam larutan diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm.

#### **12.4.4 Pengukuran K, Ca dan Mg**

Dipipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung kimia dan ditambahkan 9 ml air bebas ion dan ditambahkan 0,5 ml larutan Lanthan 2,5%. Kocok menggunakan pengocok tabung sampai homogen. Ca, Mg dan K diukur dengan SSA dengan deret standar sebagai pembanding.

#### **12.4.5 Pengukuran S**

Pipet masing-masing 1 ml ekstrak dan deret standar S ke dalam tabung kimia. Ditambahkan masing-masing 4 ml air bebas ion, 1 ml asam campur dan 1 ml larutan  $\text{BaCl}_2$ -tween kemudian kocok dengan pengocok tabung sampai homogen. Biarkan 30 menit dan kemudian diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 494 nm.

#### **12.4.6 Pengukuran Fe, Al, Mn, Cu, dan Zn**

Dipipet masing-masing 1 ml ekstrak contoh dan deret standar campuran Fe, Al, Mn, Cu dan Zn ke dalam tabung kimia. Tambahkan 9 ml air bebas ion dan kocok (pengenceran 10x). Fe, Al, Mn, Cu dan Zn diukur langsung dari ekstrak contoh menggunakan SSA dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding. Al menggunakan nyala campuran gas  $\text{N}_2\text{O}$ -asetilen, sedangkan yang lainnya menggunakan nyala campuran udara-asetilen.

#### 12.4.7 Pengukuran boron

Dipipet masing-masing 4 ml ekstrak contoh dan deret standar boron ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 1 ml larutan sangga dan kocok. Kemudian tambahkan 1 ml Azomethine-H, kocok dan biarkan 1 jam. Boron dalam larutan diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 430 nm.

#### 12.5 Perhitungan

$$\begin{aligned} & \text{Kadar unsur makro dan mikro (ppm)} \\ & = \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ & = \text{ppm kurva} \times 40 / 1.000 \times 1.000 / 20 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ & = \text{ppm kurva} \times 2 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.  
fp = faktor pengenceran (bila ada)  
fk = faktor koreksi kadar air =  $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

### DAFTAR ACUAN

- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of reference methods for soil testing (revised edition).
- Hesse, P.R. 1971. A Textbook of Soil Chemical Analysis. Chemical Publishing Co., Inc. New York. p. 520.
- Jones Jr., J.B. 1984. Laboratory Guide of Exercises in Conducting Soil Tests and Plant Analysis. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia. p. 62.

### 13. Penetapan Unsur Makro dan Mikro Total Cara Pengabuan Basah dengan Campuran HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub>

#### 13.1 Dasar Penetapan

Unsur makro dan mikro total dalam tanah dapat diekstrak dengan cara pengabuan basah menggunakan campuran asam pekat HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub>. Kadar makro dan mikro dalam ekstrak diukur menggunakan SSA dan Spektrofotometer.

#### 13.2 Alat-alat

- Neraca analitik tiga desimal
- Tabung *digestion* & blok *digestion*
- Pengocok tabung
- Dispenser.
- Tabung reaksi
- Spektrophotometer UV-VIS
- Spektrofotometer serapan atom (SSA)
- Microwave digester



### 13.3 Pereaksi

- HNO<sub>3</sub> pekat (65 %) p.a.
- HClO<sub>4</sub> pekat (60 %) p.a.
- Standar 0 (larutan HClO<sub>4</sub> 0,6 %)  
Dipipet 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat (60 %) ke dalam labu ukur 100 ml yang telah berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 100 ml (pengenceran 100 x).
- Pereaksi P pekat  
Dilartukan 12 g (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub> Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O dalam 100 ml air. Tambahkan 140 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat dan 0,227 g K (SbO)C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>.0,5 H<sub>2</sub>O. Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- Pereaksi pewarna P  
Campurkan 1,06 g asam askorbat dan 100 ml pereaksi P pekat. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- **Standar pokok 1000 ppm PO<sub>4</sub> dari Titrisol**
- Standar 200 ppm PO<sub>4</sub>  
Dipipet 20 ml standar pokok 1000 ppm PO<sub>4</sub> ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat dan kemudian diimpitkan dengan air bebas ion.
- Deret standar PO<sub>4</sub> (0-200 ppm)  
Dipipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 200 ppm PO<sub>4</sub> ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 sehingga volume masing-masing menjadi 10 ml. Deret standar ini akan memiliki kepekatan: 0; 20; 40; 80; 120; 160; dan 200 ppm PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>
- Standar pokok 1.000 ppm S  
Ditimbang 5,4459 g K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p.a. (yang telah dikeringkan pada 105°C selama 4 jam) ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dan impitkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Standar 50 ppm S  
Dipipet 5 ml standar S 1.000 ppm ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan berturut-turut air bebas ion hingga setengahnya dan secara perlahan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat. Tambahkan lagi air bebas ion hingga tanda tera 100 ml dan kocok hingga homogen.
- Deret standar S (0-50 ppm)  
Dipipet standar S 50 ppm sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan HClO<sub>4</sub> 0,6%. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10; 20; 30; 40; 50 ppm S
- Larutan BaCl<sub>2</sub>-Tween  
Ditimbang 6 g serbuk BaCl<sub>2</sub> p.a. ke dalam botol kocok 250 ml, ditambahkan 4 ml Tween 80 dan botol digoyangkan agar campuran merata. Campuran dibiarkan semalam, selanjutnya ditambah 100 ml air bebas ion dan dikocok selama 2 jam hingga serbuk BaCl<sub>2</sub> terlarut sempurna. Dibiarkan semalam sebelum digunakan.

- Larutan asam campur  
Ke dalam labu ukur 1 l yang berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, ditambahkan secara perlahan berturut-turut 250 ml  $\text{CH}_3\text{COOH}$  glasial (100%) p.a., 100 ml  $\text{HCl}$  pekat (37%) p.a. dan 100 ml  $\text{H}_3\text{PO}_4$  pekat (70%) p.a., kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 l.
- Standar campur 200 ppm K, 50 ppm Na, 10 ppm Mg, 100 ppm Ca.  
Dipipet masing-masing:  
20,0 ml standar pokok 1.000 ppm K  
5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Na  
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Ca  
1,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mg  
Dicampurkan dalam labu ukur 100 ml, ditambahkan perlahan 1 ml  $\text{HClO}_4$  pekat, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campur K (0-200 ppm), Na (0-50 ppm), Ca (0-100 ppm), dan Mg (0-10 ppm)  
Dipipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan  $\text{HClO}_4$  0,6%. Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	20	40	60	80	120	200	ppm K
0	5	10	20	30	40	50	ppm Na
0	10	20	40	60	80	100	ppm Ca
0	1	2	4	6	8	10	ppm Mg

- Larutan Lanthan 2,5%  
Timbang 66,8467 g  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , ditambahkan 10 ml  $\text{HCl}$  25% dan dilarutkan dengan air bebas ion, kemudian diimpitkan tepat 1 l.
- Standar pokok Fe, Al, Mn, Cu dan Zn masing-masing 1.000 ppm  
Gunakan larutan standar Titrisol.
- Deret standar Al (0-50 ppm)  
Dipipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Al ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan perlahan 1 ml  $\text{HClO}_4$  pekat dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 10; 20; 40; 60; 80; dan 50 ppm Al
- Standar campur Fe (100 ppm), Mn (100 ppm), Cu (50 ppm), dan Zn (25 ppm)  
Dipipet masing-masing:  
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Fe  
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mn  
5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Cu  
2,5 ml standar pokok 1.000 ppm Zn  
Dicampurkan dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga tepat 100 ml.

- Standar campur Fe (10 ppm), Mn (10 ppm), Cu (5 ppm), dan Zn (2,5 ppm)  
Dipipet 10 ml standar campur Fe (100 ppm), Mn (100 ppm), Cu (50 ppm) dan Zn (25 ppm) ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan perlahan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campur Fe (0-10 ppm), Mn (0-10 ppm), Cu (0-5 ppm), dan Zn (0-2,5 ppm)  
Dipipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan larutan standar 0 hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml, kocok.

**Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:**

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	1	2	4	6	8	10	ppm Fe
0	1	2	4	6	8	10	ppm Mn
0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	ppm Cu
0	0,25	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	ppm Zn

- Larutan standar 100 ppm B  
Ditimbang 0,2857 serbuk H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> p.a. ke dalam labu ukur 500 ml dan dilarutkan dengan air bebas ion hingga tepat 500 ml.
- Larutan standar 2 ppm B  
Dipipet 2 ml larutan standar 100 ppm B ke dalam labu ukur 100 ml. Diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 100 ml.
- Deret standar 0-2 ppm B  
Dipipet berturut turut 0; 1; 2 dan 4 ml standar 2 ppm B ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 sehingga volume masing-masing menjadi 4 ml. Deret standar ini mengandung: 0; 0,5; 1,0; dan 2,0 ppm B
- Larutan sangga  
Larutkan 100 g NH<sub>4</sub>-Asetat, 10 g EDTA-4Na (Titriplex II) dan 4 g nitrilotriaceticacid (NTA) (Titriplex I) dengan 160 ml air bebas ion di dalam botol plastik. Ditambahkan perlahan 50 ml asam asetat glasial dan diaduk hingga homogen.
- Azomethine-H  
Larutkan 0,25 g azomethine-H dan 0,5 g asam askorbat dengan sekitar 25 ml air bebas ion di dalam erlenmeyer plastik 50 ml. Erlenmeyer direndam dalam air panas hingga larutan menjadi jernih. Simpan pereaksi ini dalam botol plastik berwarna gelap.

### 13.4 Cara kerja

#### Ekstraksi menggunakan *digest block*

Ditimbang 0,5 g contoh tanah halus <0,5 mm ke dalam tabung digest, ditambahkan 5 ml asam nitrat p.a dan 0,5 ml asam perklorat p.a, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100°C selama 1 jam 30 menit, kemudian suhu

ditingkatkan menjadi 130°C selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150°C selama 2 jam 30 menit (sampai uap kuning habis, bila masih ada uap kuning waktu pemanasan ditambah lagi), setelah uap kuning habis suhu ditingkatkan menjadi 170°C selama 1 jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 200°C selama 1 jam (hingga terbentuk uap putih). Destruksi selesai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa larutan jernih sekitar 0,5 ml. Ekstrak didinginkan kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 25 ml, lalu dikocok hingga homogen, biarkan semalam.

#### **Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup**

Timbang teliti 0,5 g contoh tanah yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam digestion vessel, tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a predigester pada suhu ruangan, tutup vessel dan tempatkan dalam microwave, atur power berdasarkan vessel yang digunakan. Naikkan suhu ke 200°C dalam waktu 15 menit. Panaskan pada microwave digester pada suhu 200°C selama 30 – 60 menit. Dinginkan vessel, pindahkan ekstrak ke labu 25 ml, encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan hingga tanda tera, kocok hingga homogen. Biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

Ekstrak jernih digunakan untuk pengukuran unsur-unsur makro: P, K, Ca, Mg, Na, S dan unsur-unsur mikro: Fe, Al, Mn, Cu, Zn, dan B.

##### **13.4.1 Pengukuran P**

Dipipet masing-masing 0,5 ml ekstrak contoh dan deret standar P ke dalam tabung kimia ditambahkan 4,5 ml air bebas ion. Ditambahkan 0,5 ml pereaksi pewarna P pekat. Kocok dengan pengocok tabung sampai homogen dan biarkan 30 menit. P dalam larutan diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm.

##### **13.4.2 Pengukuran K, Ca, Mg, dan Na**

Dipipet 1 ml ekstrak dan deret standar masing-masing ke dalam tabung kimia dan ditambahkan 9 ml air bebas ion dan ditambahkan 0,5 ml larutan La 2,5% (khusus untuk Mg, ekstrak diencerkan terlebih dahulu dengan standar nol sebanyak lima kali sebelum dipipet). Kocok dengan menggunakan pengocok tabung sampai homogen. K, Ca, Mg dan Na dalam ekstrak diukur dengan SSA dengan deret standar sebagai pembanding.

##### **14.4.3 Pengukuran S**

Pipet masing-masing 1 ml ekstrak dan deret standar S ke dalam tabung kimia. Ditambahkan masing-masing 4 ml air bebas ion, 1 ml asam campur dan 1 ml larutan BaCl<sub>2</sub>-tween kemudian kocok dengan pengocok tabung sampai homogen. Biarkan 30 menit dan kemudian diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 494 nm.

##### **14.4.4 Pengukuran Fe, Al, Mn, Cu dan Zn**

Fe, Al, Mn, Cu dan Zn diukur langsung dari ekstrak contoh menggunakan SSA dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding. Al menggunakan nyala campuran gas N<sub>2</sub>O-asetilen, sedangkan yang lainnya menggunakan nyala campuran udara-asetilen.

#### 14.4.5 Pengukuran boron

Dipipet masing-masing 4 ml ekstrak contoh dan deret standar boron ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 1 ml larutan sangga dan kocok. Kemudian tambahkan 1 ml Azomethine-H, kocok dan biarkan 1 jam. Boron dalam larutan diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 430 nm.

#### 14.5 Perhitungan

Kadar P, K, Ca, dan Na (%)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 25/1.000 \times 100/500 \times 10 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,05 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar Mg (%)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 25/1.000 \times 100/500 \times 50 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,25 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar S (%)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 25/1.000 \times 100/500 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,005 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar Fe, Al, Mn, Cu, Zn dan B (ppm)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 25/1.000 \times 1.000/0,5 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
100	=	konversi ke % (pada satuan %)
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$
fp	=	faktor pengenceran

#### DAFTAR ACUAN

- Association of Official Agriculture Chemists. 2002. Official Methods of Analysis of AOAC International. Volume 1. p. 2.5-2.37. *In* Horwitz, W. (Ed.). Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland, USA. 17<sup>th</sup> ed.
- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of Reference Methode for Soil Testing The Council on Soil Testing and Plant Analysis, University of Georgia Athens Georgia 306202. (Revised edition). p. 129.
- Jones Jr., J.B.1984. Laboratory Guide of Exercises in Conducting Soil Tests and Plant Analysis. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia. p. 62.
- USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4,0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.

## 14. Penetapan Logam Berat Total dalam Tanah

### 14.1. Prinsip

Contoh dioksidasi basah dengan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$ . Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur logam berat Pb, Cd, Co, Cr, Ni, Mo, Ag, As, Se, Sn dengan spektrometer serapan atom (SSA).

### 14.2. Alat alat

- Neraca analitik
- Tabung kimia volume 20 ml
- Vortex mixer
- Dilutor skala 10 ml/pipet ukur volume 10 ml
- Dispenser skala 10 ml/pipet volume 1 ml
- Spektrometer serapan atom (SSA)
- Microwave digester

### 14.3 Perekasi

- $\text{HNO}_3$  pekat (65%) p.a.
- $\text{HClO}_4$  pekat (60%) p.a.
- Standar 0 (larutan  $\text{HClO}_4$  1%)  
Dipipet 10 ml  $\text{HClO}_4$  pekat (60%) ke dalam labu ukur 1.000 ml yang telah berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 1.000 ml.
- Standar pokok 1.000 ppm Pb (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Cd (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Co (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Cr (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Ni (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Mo (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Ag (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm As (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Se (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Sn (Titrisol)  
(Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk logam berat Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok).

#### *Sistem Nyala*

- Standar Campuran 1 (ppm): (20 ppm Pb, 2 ppm Cd, 5 ppm Co, 10 ppm Ni, 20 ppm Cr)  
Pipet 20 ml standar pokok Pb, 2 ml standar pokok Cd, 5 ml standar pokok Co, 20 ml standar pokok Cr dan 10 ml standar pokok Ni ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml lalu dikocok.

- Standar Campuran 2 (ppm): (20 ppm Mo, 20 ppm As, 10 ppm Se)  
Pipet 20 ml standar pokok Mo, 20 ml standar pokok As dan 10 ml standar pokok Se ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml lalu dikocok.
- Deret standar campuran (ppm):  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml larutan standar campuran ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2 dan 0 ml larutan standar 0, kocok. Deret Standar Campuran 1 akan memiliki konsentrasi: 0-20 ppm Pb, 0-2 ppm Cd, 0-5 ppm Co, 0-10 ppm Ni dan 0-20 ppm Cr. Deret Standar Campuran 2 akan memiliki konsentrasi: 0-20 ppm Mo, 0-20 ppm As, dan 0-10 ppm Se.
- Standar 5 ppm Ag:  
Pipet 2,5 ml standar pokok Ag ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga 500 ml.
- Deret standar 0-5 ppm Ag:  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 5 ppm Ag ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2; dan 0 ml standar 0, kocok
- Standar 50 ppm Sn  
Pipet 25 ml standar pokok Sn ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 500 ml.
- Deret standar 0-50 ppm Sn:  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 50 ppm Sn ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2 dan 0 ml standar 0, kocok.

#### *Sistem Tanur Grafit*

- Standar Campuran 1 (ppb): (200 ppb Pb, 20 ppb Cd, 50 ppb Co, 100 ppb Ni, 200 ppb Cr)  
Pipet 10 ml Standar Campuran 1 (ppm) ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga tanda garis 1.000 ml lalu dikocok.
- Standar Campuran 2 (ppb): (100 ppb Mo, 100 ppb As, 50 ppb Se)  
Pipet 5 ml Standar Campuran 2 (ppm) ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml lalu dikocok.
- Standar 100 ppb Ag:  
Pipet 20 ml Standar 5 ppm Ag ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml lalu dikocok.
- Standar 200 ppb Sn  
Dibuat Standar 5 ppm Sn dengan cara memipet 10 ml Standar 50 ppm Sn ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 100 ml lalu dikocok. Selanjutnya, pipet 20 ml Standar 5 ppm Sn ini ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 500 ml lalu dikocok.

- Deret standar logam berat (ppb):  
Pipet 0; 2,5; 5 dan 10 ml masing-masing standar ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 7,5; 5 dan 0 ml standar 0, kocok. Deret Standar Campuran 1 akan memiliki konsentrasi: 0-200 ppb Pb, 0-20 ppb Cd, 0-50 ppb Co, 0-100 ppb Ni dan 0-200 ppb Cr. Deret Standar Campuran 2 akan memiliki konsentrasi: 0-100 ppb Mo, 0-100 ppm As, dan 0-50 ppm Se. Deret standar 0-100 ppb Ag dan 0-200 ppb Sn.

#### 14.4. Cara kerja

##### **Ekstraksi menggunakan *digest block***

Ditimbang teliti 0,5 g contoh tanah halus <0,5 mm ke dalam tabung digest, ditambahkan 5 ml asam nitrat p.a, dibiarkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100°C selama 1 jam 30 menit, dinginkan dan ditambahkan lagi 5 ml asam nitrat p.a. dan 1 ml asam perklorat p.a. Kemudian dipanaskan hingga 130°C selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150°C selama 2 jam 30 menit (sampai uap kuning habis, bila masih ada uap kuning waktu pemanasan ditambah lagi), setelah uap kuning habis suhu ditingkatkan menjadi 170°C selama 1 jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 200°C selama 1 jam (hingga terbentuk uap putih). Destruksi selesai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa larutan jernih sekitar 1 ml. Ekstrak didinginkan kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 25 ml, lalu dikocok hingga homogen, biarkan semalam.

Ekstrak jernih digunakan untuk pengukuran logam berat Pb, Cd, Co, Cr, Ni, As, Sn, Ag, Se, Mo menggunakan SSA metode Nyala untuk tingkat konsentrasi ppm dan SSA metode Tanur Grafit untuk tingkat konsentrasi ppb dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding. Mo dengan metode Nyala menggunakan campuran gas N<sub>2</sub>O dan asetilin, unsur lainnya campuran udara asetilin.

##### **Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup**

Timbang teliti 2,5 g contoh tanah yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam digestion vessel, tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a predigester pada suhu ruangan, tutup vessel dan tempatkan dalam microwave, atur power berdasarkan vessel yang digunakan. Naikkan suhu ke 200°C dalam waktu 15 menit. Panaskan pada microwave digester pada suhu 200°C selama 30 – 60 menit. Dinginkan vessel, pindahkan ekstrak ke labu 25 ml, encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan hingga tanda tera, kocok hingga homogen. Biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

Ekstrak jernih digunakan untuk pengukuran logam berat Pb, Cd, Co, Cr, Ni, As, Sn, Ag, Se, Mo menggunakan SSA metode Nyala untuk tingkat konsentrasi ppm dan SSA metode Tanur Grafit untuk tingkat konsentrasi ppb dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding. Mo dengan metode Nyala menggunakan campuran gas N<sub>2</sub>O dan asetilin, unsur lainnya campuran udara asetilin.



## 14.5. Perhitungan

### Ekstraksi menggunakan *digest block*

a. Kadar unsur logam berat (ppm)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 25 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g} / 2,5 \text{ g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

b. Kadar unsur logam berat (ppb)

$$\begin{aligned} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 25 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g} / 2,5 \text{ g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 10 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm/ppb kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

fk = faktor koreksi kadar air =  $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup

a. Kadar unsur logam berat (ppm)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 25 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g} / 0,5 \text{ g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

b. Kadar unsur logam berat (ppb)

$$\begin{aligned} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 25 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g} / 0,5 \text{ g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 50 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm/ppb kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

fk = faktor koreksi kadar air =  $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

## 15. Penetapan Raksa dengan SSA Cara Uap Dingin

### 15.1. Dasar penetapan

Metode SSA nyala yang biasa tidak cukup peka dalam mengukur raksa (Hg). Metode SSA uap dingin dapat mengukur Hg hingga level ppb (*part per billion* =  $10^{-9}$ ). Contoh didestruksi dalam campuran asam pekat  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$ . Hg dalam analit direduksi dengan  $\text{SnCl}_2$  dalam suasana asam yang langsung membentuk uap atom Hg, sehingga tidak perlu nyala (teknik uap dingin). Uap Hg dibawa oleh aliran gas inert (nitrogen atau argon) ke dalam sel kuarsa. Sinar dari lampu katode Hg yang melewati sel diabsorpsi oleh uap atom Hg dan diukur dengan SSA.

## 15.2 Alat alat

- Neraca analitik
- Vortex mixer
- Spektrometer serapan atom (SSA)
- Generator uap raksa
- Tabung reaksi 20 ml
- Labu ukur 1 l
- Erlenmeyer 100 ml
- Pipet 1-10 ml

## 15.3 Pereaksi

- HNO<sub>3</sub> pekat (65%) p.a.
- HClO<sub>4</sub> pekat (60%) p.a.
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (95-97%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi (DHL < 1 µ S cm<sup>-1</sup>)
- Standar pokok 1.000 ppm Hg (Titrisol)
- Standar 100 ppm Hg:  
Pipet 10 ml standar pokok Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Standar 10 ppm Hg:  
Pipet 10 ml standar 100 ppm Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Standar 1000 ppb Hg:  
Pipet 10 ml standar 10 ppm Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Deret standar Hg: 0; 25; 50; dan 100 ppb Hg  
Pipet masing-masing 0; 2,5; 5 dan 10 ml standar 100 ppb Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tanda garis. Larutan standar harus selalu segar.
- Larutan SnCl<sub>2</sub> 0,1% dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N  
Sebanyak 1 g SnCl<sub>2</sub> dilarutkan dengan H<sub>2</sub>O hingga sekitar 500 ml di dalam labu ukur 1 l. Ditambahkan perlahan 27 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p) sambil labu digoyangkan dan dijadikan 1 l dengan H<sub>2</sub>O,
- Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 N  
Sebanyak 13 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p) dimasukkan perlahan ke dalam labu ukur 1 l yang berisi sekitar 500 ml H<sub>2</sub>O, dijadikan 1 l dengan H<sub>2</sub>O dan kocok hingga homogen.

## 15.4. Cara kerja

### Ekstraksi menggunakan *digest block*

Ditimbang teliti 2.500 g contoh tanah halus <0,5 mm ke dalam tabung digest, ditambahkan 5 ml asam nitrat p.a, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada

suhu 100°C selama 1 jam 30 menit, dinginkan dan ditambahkan lagi 5 ml asam nitrat p.a. dan 1 ml asam perklorat p.a. Kemudian dipanaskan hingga 130°C selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150°C selama 2 jam 30 menit (sampai uap kuning habis, bila masih ada uap kuning waktu pemanasan ditambah lagi), setelah uap kuning habis suhu ditingkatkan menjadi 170 °C selama 1 jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 200°C selama 1 jam (hingga terbentuk uap putih). Destruksi selesai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa larutan jernih sekitar 1 ml. Ekstrak didinginkan kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 25 ml, lalu dikocok hingga homogen, biarkan semalam.

Ekstrak jernih diukur dengan SSA yang dilengkapi generator uap pada 253,7 nm dengan deret standar Hg sebagai pembanding. Gas pembawa dialirkan, pereaksi SnCl<sub>2</sub>, larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer, dan deret standar/ccontoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

**Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup**

Timbang teliti 0.5 g contoh tanah yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam digestion vessel, tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a predigester pada suhu ruangan, tutup vessel dan tempatkan dalam microwave, atur power berdasarkan vessel yang digunakan. Naikkan suhu ke 200°C dalam waktu 15 menit. Panaskan pada microwave digester pada suhu 200°C selama 30 – 60 menit. Dinginkan vessel, pindahkan ekstrak ke labu 25 ml, encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditetapkan hingga tanda tera, kocok hingga homogen. Biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

Ekstrak jernih diukur dengan SSA yang dilengkapi generator uap pada 253,7 nm dengan deret standar Hg sebagai pembanding. Gas pembawa dialirkan, pereaksi SnCl<sub>2</sub>, larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer, dan deret standar/ccontoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

**15.5. Perhitungan**

Ekstraksi menggunakan digest block

$$\begin{aligned} \text{Kadar Hg (ppb)} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 / \text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 25 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 / 2,5 \text{ g} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 10 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Ekstraksi menggunakan microwave digester

$$\begin{aligned} \text{Kadar Hg (ppb)} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 / \text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 25 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 / 0,5 \text{ g} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 50 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

- ppb kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.
- fp = faktor pengenceran (bila ada)
- fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

## DAFTAR ACUAN

- Association of Official Agriculture Chemists. 2002. Official methods of analysis of AOAC international. Volume 1. p. 2.5-2.37. *In* Horwitz, W. (Ed.). Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland, USA. 17<sup>th</sup> ed.
- USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4.0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.

### 16. Penetapan Logam As, Se, Sn, Sb, dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida

#### 16.1. Dasar penetapan

Metode generasi uap meningkatkan kepekaan teknik spektrometer serapan atom untuk logam-logam yang membentuk hidrida (As, Se, Sn, Sb, dan Bi). Contoh didestruksi dengan campuran asam pekat  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$ . Metode  $\text{NaBH}_4$  mereaksikan unsur analit dalam larutan asam dengan natrium borohidrida membentuk gas hidrida. Uap hidrida dibawa oleh aliran gas inert (nitrogen atau argon) ke dalam tabung kuarsa yang dipanaskan sehingga terjadi dekomposisi. Sinar dari lampu katode yang diabsorpsi oleh atom analit ditetapkan seperti cara SSA yang biasa.

#### 16.2. Alat-alat

- Neraca analitik
- Vortex mixer
- Spektrometer serapan atom (SSA)
- Generator hidrida
- Labu ukur 1 l
- Pipet 1-10 ml
- Tabung reaksi 30 ml

#### 16.3. Pereaksi

- $\text{HNO}_3$  pekat (65%) p.a.
- $\text{HClO}_4$  pekat (60%) p.a.
- $\text{HCl}$  pekat (37%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi
- Larutan natrium borohidrida,  $\text{NaBH}_4$  1%  
Larutkan 10 g  $\text{NaBH}_4$  dan 4 g  $\text{NaOH}$  dalam labu ukur 1 l dengan air bebas ion, encerkan dan impitkan hingga tanda garis. Larutan ini harus selalu segar.
- Larutan  $\text{HCl}$  1 N  
Encerkan 100 ml  $\text{HCl}$  (pa) dalam gelas piala, tambahkan air bebas ion 1.100 ml. Larutan ini harus selalu baru.
- Pereaksi natrium iodida atau kalium iodida 20%  
Larutkan 20 g  $\text{NaI}$  (KI) dalam labu ukur 100 ml dengan air bebas ion dan impitkan hingga tanda garis. Larutan harus selalu baru.

- Pereaksi ascorbic acid 10%  
Larutkan 10 ascorbic acid dalam labu ukur 100 ml dengan air bebas ion dan impitkan hingga tanda garis. Larutan harus selalu baru.
- Standar Arsen (100 ppm)  
Pipet 10 ml standar pokok As ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar Arsen (10 ppm)  
Pipet 10 ml standar As 100 ppm ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar Arsen (1 ppm)  
Pipet 10 ml standar As 10 ppm ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar 0 (larutan HClO<sub>4</sub> 10%)  
Dipipet 10 ml HClO<sub>4</sub> pekat (60%) ke dalam labu ukur 100 ml yang telah berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Standar pokok 1.000 ppm As, Se, Sn, Sb dan Bi (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar logam berat Titrisol di dalam ampul masing-masing ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar campuran 500 ppb As, Sb, Se, Sn dan Bi:  
Pipet 0,5 ml standar pokok As, Se, Sn, Sb dan Bi ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Deret standar campuran 0; 10; 20; 30; 40 dan 50 ppb As, Se, Sn, Sb dan Bi:  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 3; 4 dan 5 ml standar campuran 500 ppb ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis. Larutan deret standar harus selalu baru.

#### 16.4. Cara kerja

##### Ekstraksi menggunakan *digest block*

Ditimbang teliti 2.500 g contoh tanah halus <0,5 mm ke dalam tabung digest, ditambahkan 5 ml asam nitrat p.a, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100°C selama 1 jam 30 menit, dinginkan dan ditambahkan lagi 5 ml asam nitrat p.a. dan 1 ml asam perklorat p.a. Kemudian dipanaskan hingga 130°C selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150°C selama 2 jam 30 menit (sampai uap kuning habis, bila masih ada uap kuning waktu pemanasan ditambah lagi), setelah uap kuning habis suhu ditingkatkan menjadi 170°C selama 1 jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 200°C selama 1 jam (hingga terbentuk uap putih). Destruksi selesai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa larutan jernih sekitar 1 ml. Ekstrak didinginkan kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 25 ml, lalu dikocok hingga homogen, biarkan semalam.

##### Ekstraksi menggunakan *microwave digester/sistem destruksi tertutup*

Timbang teliti 0,5 g contoh tanah yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam digestion vessel, tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a *predigester* pada suhu ruangan, tutup

vessel dan tempatkan dalam microwave, atur power berdasarkan vessel yang digunakan. Naikkan suhu ke 200°C dalam waktu 15 menit. Panaskan pada microwave digester pada suhu 200°C selama 30 – 60 menit. Dinginkan vessel, pindahkan ekstrak ke labu 25 ml, encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan hingga tanda tera, kocok hingga homogen. Biarakan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

Ekstrak jernih digunakan untuk pengukuran logam berat As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA yang dilengkapi generator uap dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding.

#### **Pengukuran unsur logam berat As, Se, Sn, Sb dan Bi**

##### **Pengukuran unsur logam berat As**

*Preparasi Deret standar As 0 ; 1 ; 2 ; 5 ppb.* Pipet masing-masing 0 ; 10 ; 20 ; 50 µL larutan standar As 1 ppm ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 2 ml KI 20%, 0,4 ml ascorbic acid 10% dan 3 ml HCl (p.a). Kemudian ditambahkan air bebas ion sampai total volume 20 ml. Aduk dan biarkan selama 30 menit sebelum diukur.

*Preparasi contoh untuk pengukuran As.* Pipet ekstrak jernih dan blanko 10 ml ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 2 ml KI 20%, 0,4 ml ascorbic acid 10% dan 3 ml HCl (p.a). Kemudian ditambahkan air bebas ion sampai total volume 20 ml. Aduk dan biarkan selama 30 menit sebelum diukur.

Preparasi contoh untuk pengukuran Se, Pipet masing-masing 10 ml contoh, deret standar campuran, ekstrak jernih dan blanko ke dalam tabung reaksi 30 ml, Tambahkan 4 ml HCl 37%, aduk dan impitkan dengan air bebas ion hingga 20 ml dikocok hingga homogen. Ekstrak jernih digunakan untuk pengukuran logam berat As Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA yang dilengkapi generator uap dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding

Gas pembawa dialirkan, pereaksi Na-borohidrida, larutan HCl 1 N, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

#### **16.5. Perhitungan**

Kadar logam berat (ppb)

$$\begin{aligned} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 / \text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 100 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 / \text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 100 / \text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppb kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

fk = faktor koreksi kadar air =  $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

#### **DAFTAR ACUAN**

Association of Official Agriculture Chemists. 2002. Official Methods of Analysis of AOAC International. Volume 1. p. 2.5-2.37. In Horwitz, W. (Ed.). Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland, USA. 17<sup>th</sup> ed.

- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of Reference Methode for Soil Testing. The Caencilon Soil Testing and Plant Analysis, University of Georgia Athens Georgia 306202 (Revised edition). p. 129.
- Jones Jr., J.B. 1984. Laboratory Guide of Exercises in Conducting Soil Tests and Plant Analysis. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia. p.62.
- USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4,0.

## 17. Penetapan Ketersediaan Fe, Mn, Cu, dan Zn Ekstrak DTPA

### 17.1 Dasar penetapan

Pengekstrak DTPA (*dietilene triamine penta acetic acid*) dapat melarutkan ion-ion logam dalam bentuk senyawa khelat. Pada pH 7,3 larutan DTPA memiliki daya khelat paling kuat untuk mengekstrak besi dan logam-logam lainnya.

### 17.2 Alat-alat

- Botol kocok plastik 100 ml
- Mesin kocok
- Kertas saring/sentrifusi
- Tabung reaksi
- Spektrofotometer serapan atom (SSA)

### 17.3 Pereaksi

- Larutan pengekstrak DTPA pH 7,3  
Ditimbang 1,96 g DTPA dan 14,92 g TEA (*tri etanol amin*), dimasukkan ke dalam labu ukur 1.000 ml dan dilarutkan dengan air suling sampai  $\pm$  900 ml. Ditambahkan 1,47 g  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan dikocok, lalu pH diatur sampai pH 7,3 dengan HCl 6 N, selanjutnya diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1.000 ml (kepekatan akhir; 0,005 M DTPA, 0,1 M TEA, dan 0,1 M  $\text{CaCl}_2$ ).
- Larutan pengekstrak DTPA pekat empat kali  
Cara pembuatan seperti pengekstrak DTPA dengan konsentrasi bahan empat kali.
- Standar campur pekat Fe (100 ppm), Mn (100 ppm), Cu (50 ppm), dan Zn (25 ppm).  
Dipipet masing-masing:  
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Fe  
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mn  
5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Cu  
2,5 ml standar pokok 1.000 ppm Zn  
Dicampurkan dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 25 ml pengekstrak DTPA pekat empat kali dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Standar campur encer Fe (10 ppm), Mn (10 ppm), Cu (5 ppm), dan Zn (2,5 ppm)  
Dipipet 10 ml larutan standar campur pekat ke dalam labu ukur 100 ml. Encerkan dengan pengekstrak DTPA hingga tepat 100 ml.

- Deret standar campuran:
  - Fe : 0; 1; 2; 4; 6; 6; 8; dan 10 ppm
  - Mn : 0; 1; 2; 4; 6; 6; 8; dan 10 ppm
  - Cu : 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm
  - Zn : 0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; dan 2,5 ppm

Dipipet standar campur encer sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan pengekstrak DTPA hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml.

#### 17.4 Cara kerja

Ditimbang 10 g contoh tanah halus <2 mm. Ditambah 20 ml larutan pengekstrak DTPA, dikocok dengan mesin kocok selama 2 jam. Suspensi disaring atau disentrifusi untuk mendapatkan ekstrak yang jernih. Ukur masing-masing unsur dengan alat SSA.

#### 17.5 Perhitungan

Kadar unsur-unsur (ppm)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 20 / 1.000 \times 1.000 / 10 \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 2 \times \text{fp} \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
fp	=	faktor pengenceran (bila ada)
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

#### DAFTAR ACUAN

- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of Reference Methods for Soil Testing (revised edition). University of Georgia. Athens, Georgia.
- ISRIC, 1993. Procedure for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.). Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen. The Netherlands. 4<sup>th</sup> edition. p. 100
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemicals Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.

### 18. Penetapan Tekstur 10 Fraksi Metode Pipet

#### 18.1. Dasar penetapan

Bahan organik dihilangkan dari contoh tanah dengan oksidasi menggunakan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Garam-garam yang mudah larut dihilangkan dengan HCl sambil dipanaskan. Bahan yang tersisa adalah mineral yang terdiri dari pasir, debu dan liat. Penetapan tekstur sepuluh fraksi sama seperti tekstur tiga fraksi, hanya saja setiap fraksinya dibagi lagi hingga didapat



sepuluh fraksi. Fraksi pasir dibagi menjadi 5 fraksi, fraksi debu menjadi 3 fraksi dan fraksi liat menjadi 2 fraksi.

Pasir dipisahkan dari debu dan liat dengan cara pengayakan basah dengan ayakan 50  $\mu\text{m}$ . Setelah dikeringkan, pasir dipisahkan dengan ayakan 1 mm, 0,50 mm, 0,25 mm dan 0,10 mm sehingga didapat 5 fraksi pasir dengan ukuran partikel: 2-1 mm (fraksi 1, pasir sangat kasar), 1 mm-0,5 mm (fraksi 2, pasir kasar), 0,50-0,25 mm (fraksi 3, pasir sedang), 0,25-0,10 mm (fraksi 4, pasir halus) dan 0,10-0,05 mm (fraksi 5, pasir sangat halus). Fraksi debu (50-2  $\mu\text{m}$ ) dan liat (<2 $\mu\text{m}$ ) dipisahkan lagi berdasarkan lama pengendapan (hukum Stoke). Fraksi debu dipisahkan menjadi fraksi 6 (50-20  $\mu\text{m}$ , debu kasar), fraksi 7 (20-5 $\mu\text{m}$ , debu sedang) dan fraksi 8 (5-2 $\mu\text{m}$ , debu halus), sedangkan liat dipisahkan menjadi fraksi 9 (2-0,5 $\mu\text{m}$ , liat kasar) dan fraksi 10 (<0,5 $\mu\text{m}$  atau <0,2 $\mu\text{m}$ , liat halus).

### 18.2. Alat-alat

- Piala gelas 800 ml
- Penyaring Batu
- Ayakan pasir ukuran 1 mm; 0,50 mm; 0,25 mm dan 0,10 mm
- Ayakan debu dan liat ukuran 50  $\mu\text{m}$
- Gelas ukur 500 ml
- Pipet 20 ml
- Pinggan aluminium 50 ml
- Dispenser 50 ml
- Gelas ukur 200 ml
- Stop watch
- Oven berkipas
- Pemanas listrik
- Neraca analitik ketelitian 4 desimal

### 18.3. Pereaksi

- $\text{H}_2\text{O}_2$  30%
- $\text{H}_2\text{O}_2$  10%
- $\text{H}_2\text{O}_2$  30% diencerkan 3x dengan air bebas ion.
- HCl 2N  
Encerkan 170 ml HCl 37% teknis dengan air bebas ion dan diimpitkan hingga 1 l.
- Larutan  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$  4%  
Larutkan 40 g  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  dengan air bebas ion dan diimpitkan hingga 1 l.

### 18.4. Cara kerja

Timbang 10,0000 g contoh tanah <2 mm, dimasukkan ke dalam piala gelas 800 ml, ditambah 50 ml  $\text{H}_2\text{O}_2$  10% kemudian dibiarkan semalam. Keesokan harinya ditambah 25 ml  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% dipanaskan sampai tidak berbusa, selanjutnya ditambahkan 180 ml air bebas ion dan 20 ml HCl 2N. Didihkan diatas pemanas listrik selama lebih kurang 10 menit. Angkat dan setelah agak dingin diencerkan dengan air bebas ion menjadi 700 ml. Dicuci dengan air bebas ion menggunakan penyaring batu atau dienap-tuangkan (3-4 kali) sampai bebas asam, kemudian ditambah 10 ml larutan peptisator  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$  4%.

*Pemisahan Fraksi Pasir (2 mm – 0,05 mm)*

Fraksi pasir dipisahkan dari fraksi debu dan liat dengan pengayakan basah. Suspensi tanah dituangkan ke dalam ayakan 0,05 mm, diaduk dengan kuas karet yang lemas sambil dialiri air bebas ion. Saringan yang terdiri dari suspensi debu dan liat ditampung dalam gelas ukur 500 ml. Pengayakan selesai setelah saringan jernih.

Pasir dipindahkan ke dalam pinggan aluminium yang telah diketahui bobotnya. Dimasukkan ke dalam oven pada suhu 105°C selama 3 jam. Didinginkan dalam eksikator selama 45 menit dan ditimbang sebagai fraksi pasir, misalnya A g.

Fraksi-fraksi pasir dipisahkan lagi dengan satu set ayakan pemisah pasir yang digoyangkan dengan mesin pengayak atau secara manual. Setiap fraksi ditimbang dalam pinggan aluminium yang telah diketahui bobotnya. Fraksi 1 = B g, fraksi 2 = C g, fraksi 3 = D g, fraksi 4 = E g dan fraksi 5 = F g.

*Pemisahan Fraksi Debu dan Liat (< 50 µm)*

Suspensi debu dan liat diencerkan sampai tanda 500 ml dengan air murni. Diaduk dengan pengaduk kayu yang digerakkan secara vertikal selama 1 menit dan segera dipipet pada kedalaman 10 cm sebanyak 20 ml (Pemipetan I). Suspensi yang dipipet dimasukkan ke dalam pinggan aluminium yang telah diketahui bobotnya. Dikeringkan dalam oven selama 3 jam pada suhu 105°C. Didinginkan dalam eksikator selama 45 menit dan ditimbang sebagai fraksi <50 µm = G g.

Selanjutnya dikocok lagi selama 1 menit dan pada waktu yang telah ditentukan pada Tabel 1 (4 menit pada 28 °C), dipipet 20 ml pada kedalaman 10 cm (Pemipetan II), dimasukkan ke dalam pinggan aluminium yang diketahui bobotnya. Dikeringkan selama 3 jam dalam oven pada suhu 105°C. Didinginkan dalam eksikator selama 45 menit dan ditimbang sebagai fraksi <10 µm = H g.

Tabel 1. Waktu pemisahan fraksi-fraksi debu dan liat pada suhu berbeda dalam penetapan tekstur

Pemipetan ke	II		III		IV		V			
Ukuran Partikel	<20 µm		<5 µm		<2 µm		<0,5 µm			
Kedalaman Pipet (cm)	10		10		5,2		2		4,2	
Suhu (C)	Waktu pemipetan									
	Menit-detik		Menit-detik		Jam-menit		Jam-menit		Jam-menit	
25	4	15	67	24	3	42	22	24	47	
26	4	10	65	36	3	36	21	51	45	5
27	4	5	64	12	3	31	21	24	44	5
28	4	0	63	0	3	27	21	0	44	
29	3	55	61	30	3	23	20	26	42	5
30	3	50	60	0	3	17	20	0		
31	3	45	59	0	3	14	19	42		
32	3	40	58	0	3	11	19	24		
33	3	35	57	0	3	7	18	57		
34	3	30	56	0	3	3	18	30		
35	3	25	54	30	2	59	18	6		

Dikocok lagi selama 1 menit dan pada waktu yang telah ditentukan (63 menit pada 28°C) dipipet 20 ml pada kedalaman 10 cm (Pemipetan III) dan dimasukkan ke dalam piringan aluminium yang diketahui bobotnya. Dikeringkan selama 3 jam dalam oven pada suhu 105°C. Didinginkan dalam eksikator selama 45 menit dan ditimbang sebagai fraksi  $<5 \mu\text{m} = \text{I g}$ .

Setelah dikocok lagi selama 1 menit, pada waktu yang telah ditentukan (3 jam 27 menit pada 28°C) dipipet 20 ml pada kedalaman 5,2 cm (Pemipetan IV). Suspensi dalam pipet dimasukkan ke dalam piringan aluminium yang diketahui bobotnya. Dikeringkan selama 3 jam dalam oven pada suhu 105°C. Didinginkan dalam eksikator selama 45 menit dan ditimbang sebagai fraksi  $<2 \mu\text{m} = \text{J g}$ .

Suspensi di dalam silinder sedimentasi dikocok lagi selama 1 menit dan dipipet 20 ml pada waktu yang telah ditentukan (Pemipetan V), pada kedalaman 2 cm (21 jam pada 28°C) atau 4,2 cm (44 jam pada 28°C). Suspensi dalam pipet dimasukkan ke dalam piringan aluminium yang diketahui bobotnya. Dikeringkan selama 3 jam dalam oven pada suhu 105°C. Didinginkan dalam eksikator selama 45 menit dan ditimbang sebagai fraksi  $<0,5 \mu\text{m} = \text{K g}$ .

Untuk penetapan liat halus ( $<0,2 \mu\text{m}$ ) Cara pengendapan tidak cocok, karena lambatnya proses pengendapan partikel. Kadar liat halus ukuran ini didapat dengan cara sentrifusi. Setelah pemipetan IV, suspensi di dalam silinder sedimentasi dikocok lagi selama 1 menit, biarkan selama satu jam dan pindahkan sebanyak 100 ml suspensi ke dalam tabung sentrifusi yang memiliki tinggi 16 cm. Disentrifus dengan kecepatan 1.800 atau 2.500 putaran per menit (rpm) selama waktu tertentu, tergantung pada suhu suspensi (Tabel 2). Biarkan alat sentrifusi berhenti sendiri, dipipet 20 ml suspensi pada kedalaman 4,5 cm (Pemipetan V) dan dimasukkan ke dalam piringan aluminium yang telah diketahui bobot kosongnya. Dikeringkan selama 3 jam dalam oven pada suhu 105°C. Didinginkan dalam eksikator selama 45 menit dan ditimbang sebagai fraksi  $<0,2 \mu\text{m} = \text{K g}$ .

Tabel 2. Lama sentrifusi (menit) dan kecepatan putaran pada suhu yang berlaku untuk penetapan fraksi liat halus  $<0,2 \mu\text{m}$

Suhu °C	1800 rpm	2500 rpm	Suhu °C	1800 rpm	2500 rpm	Suhu °C	1800 rpm	2500 rpm
20	32,0	16,5	27	27,0	14,0	34	23,0	12,0
21	31,0	16,1	28	26,5	13,5	35	22,5	11,8
22	30,0	15,7	29	26,0	13,3	36	22,0	11,5
23	29,5	15,3	30	25,0	13,0	37	22,0	11,3
24	29,0	15,0	31	24,5	12,8	38	21,5	11,1
25	28,0	14,6	31	24,0	12,5	39	21,0	10,9
26	27,5	14,2	33	23,5	12,3	40	20,5	10,6

Dibuat blanko dengan mengencerkan 10 ml larutan peptisator dalam gelas ukur menggunakan air bebas ion hingga 500 ml. Dipipet 20 ml cairan dan dimasukkan ke dalam piringan yang telah diketahui bobotnya. Dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C. Setelah didinginkan dalam eksikator selama 45 menit ditimbang sebagai bobot peptisator. Bobot peptisator yang diperoleh digunakan untuk koreksi. Bobot peptisator dapat pula ditentukan dengan perhitungan. Pada pemipetan 20 ml, bobot peptisator berdasarkan penghitungan adalah 9,5 mg.

### 18.5. Perhitungan

Fraksi pasir (2 mm – 0,05 mm)	= A g
Fraksi 1 (2 – 1 mm)	= B g
Fraksi 2 (1,0 - 0,5 mm)	= C g
Fraksi 3 (0,50 - 0,25 mm)	= D g
Fraksi 4 (0,25 - 0,10 mm)	= E g
Fraksi 5 (0,10 - 0,05 mm)	= F g
Pemipetan I (Fraksi <50 µm)	= G g
Pemipetan II (Fraksi <20 µm)	= H g
Pemipetan III (Fraksi <5 µm)	= I g
Pemipetan IV (Fraksi <2,0 µm)	= J g
Pemipetan V ( Fraksi <0,5 µm atau <0,2 µm)	= K g

Maka dalam 10 g contoh diperoleh :

Fraksi 6 (50 µm – 20 µm)	= 25 x (G-H)	= a g
Fraksi 7 (20 µm – 5 µm)	= 25 x (H-I)	= b g
Fraksi 8 (5µm – 2 µm)	= 25 x (I-J)	= c g
Fraksi 9 (2 µm – 0,5 atau 0,2 µm)	= 25 x (J-K)	= d g
Fraksi 10 (< 0,5 atau <0,2 µm)	= 25 x (K-0,0095)	= e g

Selanjutnya :

Fraksi pasir (2 mm – 0,05 mm)	= A g
Fraksi debu + liat (< 50 µm)	= 25 x (G – 0,0095) = L g
Jumlah fraksi pasir + debu + liat	= A + L = X g

Dengan demikian :

% Fraksi 1 (2 mm – 1 mm)	= B/X x 100 %
% Fraksi 2 (1,0 mm – 0,5 mm)	= C/X x 100 %
% Fraksi 3 (0,50 mm – 0,25 mm)	= D/X x 100 %
% Fraksi 4 (0,25 mm – 0,10 mm)	= E/X x 100 %
% Fraksi 5 (0,10 mm – 0,05 mm)	= F/X x 100 %
% Fraksi 6 (50 µm – 20 µm)	= G/X x 100 %
% Fraksi 7 (20 µm – 5 µm)	= b/X x 100 %
% Fraksi 8 (5 µm – 2 µm)	= c/X x 100 %
% Fraksi 9 (2 µm – 0,5 atau 0,2 µm )	= d/X x 100 %
% Fraksi 10 (<0,5 µm atau <0,2 µm )	= e/X x 100 %

(Persen fraksi dalam contoh dinyatakan hingga 1 desimal).

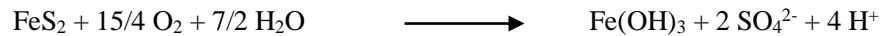
## DAFTAR ACUAN

- ISRIC, 1993. Procedure for Soil Analysis. In van Reeuwijk, L.P. (Ed.). Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen. The Netherlands. 4<sup>th</sup> edition. p. 100
- Sudjadi, M., I M. Widjik S. dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.

### 19. Penetapan Kemasaman Total Tanah

Penetapan kemasaman total pada umumnya digunakan untuk tanah sulfat masam (*acid sulphate soils*). Kemasaman total tanah terdiri atas kemasaman aktual total (KAT = *total actual acidity* = TAA) dan kemasaman potensial total (KPT = *total potential acidity* = TPA). (Kemasaman aktual total) KAT dan KPT berturut-turut adalah kemasaman total tanah sebelum dan sesudah oksidasi senyawa pirit ( $\text{FeS}_2$ ) atau senyawa sulfida lainnya. Kemasaman tanah digunakan sebagai dasar untuk menghitung kebutuhan kapur.

Contoh reaksi oksidasi pirit yang menghasilkan asam ( $\text{H}^+$ ) adalah sebagai berikut:



#### I. Kemasaman Aktual Total (KAT)

##### 19.1.1. Dasar penetapan

Kemasaman aktual total mengukur kadar kemasaman ( $\text{H}^+$ ) tanah yang terlarut dan yang terjerap oleh muatan negatif tanah. Penggunaan larutan NaCl dimaksudkan untuk membebaskan asam ( $\text{H}^+$ ) yang terjerap tanah, sehingga masuk ke dalam larutan.  $\text{H}^+$  dalam larutan dititrasi dengan larutan NaOH baku. Jumlah NaOH yang diperlukan untuk mencapai pH tertentu setara dengan jumlah  $\text{H}^+$  yang ada dalam larutan.

##### 19.1.2. Alat-alat

- Neraca tiga desimal
- Buret dan stirer
- Alat pH meter
- Botol kocok 100 ml
- Piala gelas 250 ml
- Pipet ukur 25 ml

##### 19.1.3 Pereaksi

- NaCl p.a
- NaCl 1 M  
Timbang 58,5 g hablur NaCl dilarutkan dalam 1 l air bebas ion.
- NaOH 1 N  
Masukan Titrisol NaOH 1N ke dalam labu ukur 1.000 ml lalu impitkan sampai tanda tera dengan air bebas ion, kocok.

- NaOH 0,1 N  
Dipipet 10 ml NaOH 1 N ke dalam labu 1.000 ml lalu impitkan sampai dengan tanda tera dengan air bebas ion, kocok. Tetapkan normalitas larutan baku NaOH ini (dengan larutan HCl baku) setiap akan digunakan.

#### 19.1.4. Cara kerja

Ditimbang 10,00 g contoh tanah lapang masing-masing ke dalam botol kocok 100 ml tambahkan 50 ml NaCl 1M, kocok selama 2 jam dan ukur pH suspensi dengan pH meter. Bila pH suspensi di bawah 5,5, titar dengan NaOH 0,1 N sampai pH 5,5 (NaOH yang digunakan dicatat A ml). Penitaran dapat pula dilakukan dengan penambahan larutan baku NaOH secara bertingkat (misalnya: 0, 1, 2, 4, 6, 8 dan 10 ml) dan ukur pH larutan pada setiap tingkat penambahan NaOH. Jumlah NaOH yang diperlukan untuk mencapai pH 5,5 (TAA) ditentukan dari kurva hubungannya dengan pH suspensi tanah.

#### 19.1.5. Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{TAA (cmol (+) H}^+\text{kg}^{-1} \text{ tanah)} &= A \times N \times 1.000 \text{ g}/10 \text{ g} \times 0,1 \times \text{fk} \\ &= A \times N \times 10 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

- N = normalitas larutan baku NaOH (0,100 N)  
fk = faktor koreksi kadar air tanah =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$   
0,1 = faktor konversi mmol ke cmol

## II. Kemasaman Potensial Total (KPT)

### 19.2.1. Dasar penetapan

Kemasaman potensial total mengukur kemasaman tanah setelah oksidasi senyawa pirit dan senyawa sulfida lainnya yang menghasilkan asam ( $\text{H}^+$ ). Kemasaman yang dihasilkan tidak hanya ditentukan oleh jumlah pirit dan senyawa sulfida yang ada, tetapi juga oleh kapasitas sangga pH tanah.

### 19.2.2. Alat-alat

- Neraca dua desimal
- Buret dan stirer
- pH meter
- Botol kocok 100 ml
- Piala gelas 500 ml
- Pipet ukur 25 ml
- Pipet 2 ml
- Pipet 5 ml

### 19.2.3. Pereaksi

- Hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) teknis 30%.
- NaOH 1 N  
Masukan Titrisol NaOH 1N ke dalam labu ukur 1.000 ml lalu impitkan sampai tanda tera dengan air bebas ion, kocok.

- NaOH 0,1 N  
Dipipet 10 ml NaOH 1 N ke dalam labu 1.000 ml lalu impitkan sampai dengan tanda tera dengan air bebas ion, kocok. Tetapkan normalitas larutan baku NaOH ini (dengan larutan HCl baku) setiap akan digunakan.

#### 19.2.4. Cara kerja

Timbang 5,00 g contoh tanah kering lapang ke dalam piala gelas 500 ml tambahkan 25 ml NaCl 1 M dan kocok selama 2 jam (ukur pH suspensi tanah dengan pH meter, bila diperlukan). Pindahkan campuran ke dalam piala gelas 500 ml. Tambahkan 5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%, aduk dan biarkan 1 jam. Tambahkan lagi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> bila reaksi masih berlangsung (terdapat pembentukan gelembung-gelembung halus) sampai reaksi berhenti.

Biarkan semalam kemudian tambahkan lagi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> untuk mengetahui apakah reaksi telah selesai (tidak terbentuk lagi gelembung-gelembung halus). Setelah tidak ada reaksi lagi panaskan pada suhu 90 °C untuk menghilangkan sisa-sisa H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

Setelah dingin ukur pH suspensi, lalu dititrasi dengan NaOH 0,1 N sampai pH 5,5 (catat ml NaOH: B ml). Penitrasi dapat pula dilakukan dengan penambahan larutan baku NaOH secara bertingkat (misalnya: 0, 1, 2, 4, 6, 8 dan 10 ml) dan ukur pH larutan pada setiap tingkat penambahan NaOH. Jumlah NaOH yang diperlukan untuk mencapai pH 5,5 (TAA) ditentukan dari kurva hubungannya dengan pH suspensi tanah.

#### 19.2.5. Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{TPA (cmol (+) H}^+ \text{ kg}^{-1} \text{ tanah)} &= B \times N \times 1.000 \text{ g/5 g} \times 0,1 \times \text{fk} \\ &= B \times N \times 20 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

- N = normalitas larutan baku NaOH (0,100 N)  
fk = faktor koreksi kadar air tanah = 100/(100 - % kadar air)  
0,1 = faktor konversi mmol ke cmol

Catatan:

Kebutuhan kapur aktual dan potensial untuk 1 kg tanah dapat dihitung dari nilai kemasaman masing-masing dikalikan 0,5 mol atau 50 g CaCO<sub>3</sub> (setara dengan 28 g kapur tohor, CaO, atau 37 g kapur tembok, Ca(OH)<sub>2</sub>).

### DAFTAR ACUAN

- Konsten, C.J.M. and M. Sarwani. 1990. Actual and Potential Acidity and Related Chemical Characteristics of Acid Sulphate Soils in Pulau Petak, Kalimantan. p.30-50. *In* Papers workshop on acid sulphate soils in the humid tropics. AARD & LAWOO. Bogor, Indonesia.

## 20. Penetapan Kebutuhan Kapur

### 20.1. Dasar penetapan

Jumlah kapur yang diperlukan untuk meningkatkan pH suatu tanah masam ke pH yang diinginkan ditetapkan berdasarkan kurva hubungan penambahan larutan basa

dengan pH tanah yang dicapai. Jumlah basa yang digunakan setara dengan kebutuhan kapur yang nilainya dikonversi ke dalam satuan bobot  $\text{CaCO}_3/\text{ha}$ .

#### 20.2. Alat-alat

- Botol kocok 100 ml
- Pipet ukur 25 ml
- pH meter dan elektrode gelas kombinasi
- Buret 10 ml
- Neraca analitik

#### 20.3. Pereaksi

- NaOH 1 N  
Buat dari larutan NaOH standar Titrisol
- NaOH 0,02 N  
Pipet 20 ml larutan NaOH 1 N ke dalam labu ukur 1 l. Tambahkan air bebas ion hingga tepat 1 l. Titar larutan ini ditetapkan dengan HCl 0,02 N setiap kali dipakai.
- NaOH 0,05 N  
Pipet 25 ml larutan NaOH 1 N ke dalam labu ukur 500 ml. Tambahkan air bebas ion hingga tepat 500 ml. Titar larutan ini ditetapkan dengan HCl 0,02 N setiap kali dipakai.
- HCl 1 N  
Buat dari larutan HCl standar Titrisol
- HCl 0,02 N  
Pipet 2 ml larutan HCl 1 N ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Larutan sangga pH 7,0 dan pH 4,0

#### 20.4. Cara kerja

Timbang 10,000 g tanah untuk setiap tingkat penambahan basa dan masing-masing dimasukkan ke dalam botol kocok 100 ml. Tambahkan dengan pipet larutan NaOH 0,02 N masing-masing sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml dan air bebas ion sehingga jumlah setiap larutan menjadi 25 ml (air ditambahkan terlebih dahulu sebelum larutan NaOH 0,02N). Penambahan NaOH ini menghasilkan deret penambahan basa 0; 0,02; 0,04; 0,08; 0,12; 0,16; dan 0,20 m.e. Kocok campuran selama 1 jam dan ukur pH suspensi dengan alat pH meter yang telah dikalibrasi menggunakan larutan sangga pH 7,0 dan 4,0.

Catatan: Tambah jumlah larutan NaOH 0,02 N atau gunakan NaOH 0,05 N bila volume larutan melebihi 25 ml.

#### 20.5 Perhitungan

Buat kurva hubungan m.e. NaOH yang diperlukan dengan pH tanah yang dihasilkan atau gunakan persamaan regresi. Dapatkan m.e. NaOH yang menghasilkan pH yang dikehendaki dan hitung kebutuhan kapurnya sebagai berikut:



$$\begin{aligned} \text{Kebutuhan kapur (ku CaCO}_3\text{/ha)} &= (\text{m.e. NaOH} \times 50) \times 10^{-8} \times (1,5 \times 10^8) \times \text{fk} \\ &= \text{m.e. NaOH} \times 75 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

$$\begin{aligned} 50 &= \text{bst CaCO}_3 \\ 10^{-8} &= \text{konversi mg ke kuintal CaCO}_3 \\ 1,5 \times 10^8 &= \text{konversi g contoh ke ha} \\ \text{Faktor koreksi kadar air (fk)} &= 100 / (100 - \% \text{ kadar Air}) \end{aligned}$$

*Catatan:*

Kedalaman lapisan olah 15 cm dan BD (*bulk density*) tanah dianggap 1.

## DAFTAR ACUAN

- American Society of Agronomy and Soil Science Society of America. 1982. Methods of soil analysis, 2<sup>nd</sup> ed., Part 2. *In* Page, A.L., R.H. Miller, and D.R. Keeney (*Eds.*). Chemical and microbiological properties. Madison, Wisconsin, USA. p. 1159.
- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of Reference Methods for Soil Testing. the Caencilon Soil Testing and Plant Analysis, University of Georgia. Athens, Georgia. (Revised edition). p. 129.
- Jones Jr., J.B. 1984. Laboratory Guide of Exercises in Conducting Soil Tests and Plant Analysis. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia. p. 62.

### 21. Penetapan Karbon Asam Humat dan Asam Fulvat Tanah Gambut

#### 21.1. Dasar penetapan

Bahan organik dalam tanah diekstrak dengan campuran larutan basa kuat dengan natrium pirofosfat. Asam humat dan asam fulfat larut dalam ekstrak, sedangkan humin tidak larut. Asam humat dipisahkan dari asam fulfat dengan pengendapan pada pH 2. Kadar humin, asam humat dan asam fulfat ditetapkan kadar sebagai C seperti pada penetapan C-organik tanah.

#### 21.2. Alat-alat

- Botol Kocok
- Labu 1.000 ml
- Pipet 25 ml
- Pipet 5 ml
- Kertas saring Whatman no. 91
- Labu ukur 100 ml
- Hot plate
- Mesin kocok
- Spektrofotometer

#### 21.3. Pereaksi

- NaOH hablur

- Natrium pirophosfat 4% + NaOH 0,1N  
Ditimbang 40,00 g natrium pyrophosfat  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  dengan air bebas ion yang telah dipanaskan ditambahkan 4,00 g NaOH GR lalu diimpitkan sampai dengan 1 l.
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  95-97 % G.R.
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  5 N
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01 N
- Larutan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  1 N  
Masukkan 100 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (p) ke dalam sekitar 600 ml air bebas ion dalam gelas ukur 1 l, ditambahkan 98,10 g kalium dikromat, aduk hingga sempurna. Setelah dingin diimpitkan sampai dengan 1 l dengan  $\text{H}_2\text{O}$ .
- Larutan standar 5.000 ppm C  
Larutkan 12,510 g glukosa p.a. dengan  $\text{H}_2\text{O}$  di dalam labu ukur 1 l dan diimpitkan sampai dengan tanda tera.

#### 21.4. Cara kerja

Timbang 1.000 g contoh (<2 mm) ke dalam botol kocok diekstrak dengan 25 ml larutan (natrium pirofosfat + NaOH 0,1 N, kocok dengan mesin kocok selama 30 menit dan diamkan semalam. Keesokan harinya ekstrak disaring dengan kertas saring untuk memisahkan humin dengan asam humat dan asam fulvat.

##### ***Total asam humat dan fulvat***

Filtrat dari hasil penyaringan dipipet 1 ml (1 g) kedalam labu ukur 100 ml. Ditambah 5 ml  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  1N, lalu diaduk. Ditambahkan 7,5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (p), diaduk lalu didiamkan hingga dingin, dilarutkan dengan air bebas ion kurang lebih 50 ml lalu aduk dan diamkan hingga dingin. Impitkan hingga tanda tera, kocok. Keesokan harinya kadar asam humat dan fulvat diukur absorbansi dengan Spektrofotometer pada panjang gelombang 561 nm, dengan menggunakan deret standar glukosa 0-250 ppm.

##### ***Asam humat***

Filtrat dari hasil penyaringan ditimbang 1 g ke dalam piala 50 ml. Ditambah 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5N, kemudian dibiarkan semalam (terbentuk seperti gel atau endapan). Keesokan harinya ekstrak disaring dengan kertas saring yang telah dibasahi larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01 N. Endapan disaring dan dibilas dengan 20 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01N dan cairan dibuang. Endapan pada kertas saring dilarutkan hingga habis dengan menambahkan NaOH 0.1 N (70-80 °C) secara perlahan dan filtrat ditampung ke dalam labu ukur 100 ml. Jika hasil filtrat >10 ml dipanaskan hingga 5-10 ml. Tambahkan 5 ml larutan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , aduk dan tambahkan 7,5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (p). Aduk kembali dan biarkan hingga dingin. Dilarutkan dengan air suling kurang lebih 50 ml lalu aduk dan biarkan hingga dingin. Impitkan hingga tanda tera, kocok. Di ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 561 nm (panjang gelombang maksimum), dengan menggunakan deret standar glukosa 0 – 250 ppm.

## 21.5. Perhitungan

a. Kadar C-humat dan fulfat (% C)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/1000 \times 25/1 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,25 \times \text{fk} \end{aligned}$$

b. Kadar C-asam humat (%C)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/1000 \times 25/1 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,25 \times \text{fk} \end{aligned}$$

c. Kadar asam fulvat (% C) = a - b.

d. Kadar Asam humat + fulvat (%) = (kadar C-humat + fulvat) x 1.79

e. Kadar Asam humat (%) = kadar C-humat x 1.79

f. Kadar Asam fulvat (%) = d - e

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.

100 = konversi ke %

fp = faktor pengenceran

fk = faktor koreksi kadar air =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

1.79 = konversi C-humat, C-fulvat ke bentuk asam humat atau asam fulvat

## DAFTAR ACUAN

Graham, E.R. 1948. Determination of Soil Organic Matter by Means of a Photoelectric Colorimeter. *Soil Sci.* 65: 181 - 183.

Shnitzer, M. 1984. Organic matter characterization. p. 581-594. *In* Page, A.L., R.H. Miller, D.R. Keeney (Eds.). *Methods of soil analysis. Part 2, Chemical and microbiological properties.* 2<sup>nd</sup> ed. American Society of Agronomy, Inc., Soil Science Society of America, Inc. Madison, Wisconsin USA.

Stevenson, F.J., 1994, "*Humus Chemistry : Genesis, Composition, Reactions*", John Wiley & Sons Inc., New York.

## 22. Penetapan Karbon Asam Humat dan Asam Fulvat Tanah Mineral

### 22.1. Dasar penetapan

Bahan organik dalam tanah diekstrak dengan campuran larutan basa kuat dengan natrium pirofosfat. Asam humat dan asam fulfat larut dalam ekstrak, sedangkan humin tidak larut. Asam humat dipisahkan dari asam fulfat dengan pengendapan pada pH 2. Kadar humin, asam humat dan asam fulfat ditetapkan kadar sebagai C seperti pada penetapan C-organik tanah.

### 22.2. Alat-alat

- Botol Kocok
- Labu 1.000 ml

- Pipet 25 ml
- Pipet 5 ml
- Kertas saring Whatman no. 91
- Labu ukur 100 ml
- Hot plate
- Mesin kocok
- Spektrofotometer

### 22.3. Pereaksi

- NaOH hablur
- Natrium pirofosfat 4% + NaOH 0,1N  
Ditimbang 40,00 g natrium pyrophosphat  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  dengan air bebas ion yang telah dipanaskan ditambahkan 4,00 g NaOH GR lalu diimpitkan sampai dengan 1 l.
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  95-97 % G.R.
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  5 N
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01 N
- Larutan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  1 N  
Masukkan 100 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (p) ke dalam sekitar 600 ml air bebas ion dalam gelas ukur 1 l, ditambahkan 98,10 g kalium dikromat, aduk hingga sempurna. Setelah dingin diimpitkan sampai dengan 1 l dengan  $\text{H}_2\text{O}$ .
- Larutan standar 5.000 ppm C  
Larutkan 12,510 g glukosa p.a. dengan  $\text{H}_2\text{O}$  di dalam labu ukur 1 l dan diimpitkan sampai dengan tanda tera.

### 22.4. Cara kerja

Timbang 10 g contoh (<2 mm) ke dalam botol kocok diekstrak dengan 50 ml larutan (natrium pirofosfat + NaOH 0,1 N, kocok dengan mesin kocok selama 30 menit dan diamkan semalam. Keesokan harinya ekstrak disaring dengan kertas saring untuk memisahkan humin dengan asam humat dan asam fulvat.

#### *Total asam humat dan fulvat*

Filtrat dari hasil penyaringan dipipet 5 ml (5 g) ke dalam labu ukur 100 ml. Ditambah 5 ml  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  1N, lalu diaduk. Ditambahkan 7,5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (p), diaduk lalu didiamkan hingga dingin, dilarutkan dengan air bebas ion kurang lebih 50 ml lalu aduk dan diamkan hingga dingin. Impitkan hingga tanda tera, kocok. Keesokan harinya kadar asam humat dan fulvat diukur absorbansi dengan Spektrofotometer pada panjang gelombang 561 nm, dengan menggunakan deret standar glukosa 0-250 ppm

#### *Asam humat*

Filtrat dari hasil penyaringan ditimbang 5 g ke dalam piala 50 ml. Ditambah 1 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5N, kemudian dibiarkan semalam (terbentuk seperti gel atau endapan). Keesokan harinya ekstrak disaring dengan kertas saring yang telah dibasahi larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01 N. Endapan disaring dan dibilas dengan 20 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01N dan cairan

dibuang. Endapan pada kertas saring dilarutkan hingga habis dengan menambahkan NaOH 0.1 N (70-80°C) secara perlahan dan filtrat ditampung ke dalam labu ukur 100 ml. Jika hasil filtrat > 10 ml dipanaskan hingga 5-10 ml. Tambahkan 5 ml larutan K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, aduk dan tambahkan 7,5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p). Aduk kembali dan biarkan hingga dingin. Dilarutkan dengan air suling kurang lebih 50 ml lalu aduk dan biarkan hingga dingin. Impitkan hingga tanda tera, kocok. Di ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 561 nm (panjang gelombang maksimum), dengan menggunakan deret standar glukosa 0 – 250 ppm.

## 22.5. Perhitungan

a. Kadar C-humat dan fulvat (% C)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/5000 \times 50/10 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 0,01 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

b. Kadar C-asam humat (%C)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/5000 \times 50/10 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 0,01 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

c. Kadar asam fulvat (% C) = a - b.

d. Kadar Asam humat + fulvat (%) = (kadar C-humat + fulvat) x 1.79

e. Kadar Asam humat (%) = kadar C-humat x 1.79

f. Kadar Asam fulvat (%) = d - e

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.

100 = konversi ke %

fp = faktor pengenceran

fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

1.79 = konversi C-humat, C-fulvat ke bentuk asam humat atau asam fulvat

## DAFTAR ACUAN

- Graham, E.R. 1948. Determination of Soil Organic Matter by Means of a Photoelectric Colorimeter. *Soil Sci.* 65: 181 - 183.
- Shnitzer, M. 1984. Organic matter characterization. p. 581-594. *In* Page, A.L., R.H. Miller, D.R. Keeney (Eds.). *Methods of soil analysis. Part 2, Chemical and microbiological properties.* 2<sup>nd</sup> ed. American Society of Agronomy, Inc., Soil Science Society of America, Inc. Madison, Wisconsin USA.
- Stevenson, F.J., 1994, “*Humus Chemistry : Genesis, Composition, Reactions*”, John Wiley & Sons Inc., New York.

## 23. Penetapan Fosfor Ekstrak $\text{CaCl}_2$ 0,01 M

### 23.1. Dasar penetapan

Kadar garam dalam larutan tanah pada umumnya sekitar 0,01 M dengan kalsium merupakan kation utama. Oleh karena itu, pengekstrak  $\text{CaCl}_2$  0,01 M memiliki konsentrasi dan komposisi larutan yang mendekati larutan tanah di lapang. Metode ekstraksi dengan larutan  $\text{CaCl}_2$  0,01 M ini merupakan ekstraksi ketersediaan hara dan dapat digunakan untuk pengukuran unsur makro, mikro dan logam berat.

Fosfor dalam ekstrak berbentuk ortofosfat yang membentuk senyawa kompleks berwarna kuning dengan pereaksi molibdat pada kondisi masam. Penambahan asam askorbat dan senyawa antimon (Sb) menghasilkan senyawa fosfomolibdat berwarna biru yang absorbansinya dapat diukur dengan spektrometer pada panjang gelombang 889 nm.

### 23.2. Alat-alat

- Dispenser 25 ml
- Dispenser 2 ml
- Tabung reaksi
- Pipet 10 ml
- Kertas saring
- Botol kocok 50 ml
- Mesin pengocok
- Sentrifusi
- Spektrofotometer Visibel

### 23.3. Pereaksi

- Larutan  $\text{CaCl}_2$  0,1 M  
Larutkan 14,7 g  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dengan air bebas ion hingga 1 liter.
- Larutan  $\text{CaCl}_2$  0,01 M  
Larutan  $\text{CaCl}_2$  0,1 M diencerkan 10 x dengan air bebas ion.
- Standar induk 1.000 ppm  $\text{PO}_4$  (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk  $\text{PO}_4$  Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1 liter. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar 100 ppm  $\text{PO}_4$   
Pipet 10 ml larutan standar induk 1000 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Standar 5 ppm  $\text{PO}_4$   
Pipet 5 ml larutan standar 100 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan larutan  $\text{CaCl}_2$  0,01 M sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Deret standar  $\text{PO}_4$  (0-5 ppm)  
Pipet berturut-turut 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml larutan standar 5 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam tabung reaksi, tambahkan pengekstrak  $\text{CaCl}_2$  0,01 M hingga semua tabung berisi 10 ml larutan.

- Pereaksi P pekat  
Larutkan 12 g amonium heptamolibdat,  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dengan 100 ml air bebas ion dalam labu ukur 1 l. Tambahkan 0,277 g kalium antimonil tatraat,  $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$  dan secara perlahan 140 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Jadikan 1 liter dengan air bebas ion.

#### 23.4. Cara kerja

Timbang 2.500 g contoh tanah dengan kehalusan  $<2$  mm ke dalam botol kocok atau tabung sentrifusi. Ditambahkan 25 ml larutan pengeksrak  $\text{CaCl}_2$  0,01 M dan dikocok selama 2 jam dengan mesin kocok. Disaring atau disentrifusi untuk mendapatkan ekstrak jernih. Dipipet 10 ml ekstrak jernih contoh ke dalam tabung kimia. Tambahkan 2 ml pereaksi pewarna P pekat ke dalam contoh dan deret standar 0-5 ppm  $\text{PO}_4$ , kocok dan biarkan selama 30 menit. Ukur absorbansi larutan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm dengan deret standar P sebagai pembanding.

#### 23.5. Perhitungan

Kadar  $\text{P}_2\text{O}_5$  tersedia (ppm)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1000 \text{ ml} \times 1000\text{g/g contoh} \times \text{fp} \times 142/190 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 25/1000 \times 1000/2,5 \times \text{fp} \times 142/190 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10 \times \text{fp} \times 142/190 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan :

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

142/190 = faktor konversi bentuk  $\text{PO}_4$  menjadi  $\text{P}_2\text{O}_5$

fk = faktor koreksi kadar air =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

### DAFTAR ACUAN

Houba, V.J.G., I. Novozamsky dan E. Temminghof. 1994. Soil and Plant Analysis, part 5A. Soil Analysis Procedures, Extraction with 0,01 M  $\text{CaCl}_2$ . Department of Soil Science and Plant Nutrition. Wageningen Agricultural University, The Netherlands. p. 66.

## 24. Penetapan Belerang Ekstrak $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ , 500 ppm P

### 24.1. Dasar penetapan

Larutan  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$  yang mengandung 500 ppm P dapat mengekstrak belerang tersedia (sulfat) dalam tanah. Kadar ortofosfat sebesar 500 ppm P dalam pengeksrak dapat mengeluarkan semua sulfat yang terjerap tanah. Metode ekstraksi ini berkorelasi sangat baik dengan respon tanaman.

Sulfat dalam larutan pengeksrak direaksikan dengan  $\text{Ba}^{2+}$  membentuk endapan  $\text{BaSO}_4$  yang dipertahankan terdispersi oleh tween. Kadar sulfat dalam larutan ditetapkan secara turbidimetri.

## 24.2. Alat-alat

- Dispenser 25 ml
- Dispenser 2 ml
- Tabung reaksi
- Pipet 10 ml
- Kertas saring
- Botol kocok 50 ml
- Mesin pengocok
- Sentrifusi
- Spektrofotometer Visibel

## 24.3. Pereaksi

- Larutan pengekstrak  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$  yang mengandung 500 ppm P  
Bila tersedia, gunakan serbuk  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ . Bobot  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$  yang ditimbang dihitung dari bobot molekulnya dibagi (2 x bobot atom P), lalu dikali 500 mg untuk membuat 1 l larutan pengekstrak.  
Larutan pengekstrak  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$  juga dapat dibuat dengan cara:
  - Pijarkan 2 g  $\text{CaCO}_3$  dalam tanur pada 800 hingga 1000°C selama 45 menit (menjadi  $\text{CaO}$ ). Dinginkan dalam desikator dan campurkan  $\text{CaO}$  dengan 1 l  $\text{H}_2\text{O}$ , kocok dan larutan  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  yang terbentuk dibiarkan semalam.
  - Timbang 1,884 g  $\text{H}_3\text{PO}_4$  pekat (85%), larutkan dengan 300 ml  $\text{H}_2\text{O}$  sambil dimasukkan ke dalam erlenmeyer 1 l. Tambahkan 220 ml larutan jernih  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  sambil diaduk dengan pengaduk magnet.
  - Atur pH larutan menjadi pH 4,0 dengan larutan encer  $\text{H}_3\text{PO}_4$  atau  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Tambahkan  $\text{H}_2\text{O}$  hingga volume larutan menjadi 1 l.
- Standar pokok 1000 ppm  $\text{S-SO}_4^{2-}$   
Ditimbang 5,4459 g  $\text{K}_2\text{SO}_4$  p.a. (kering 105°C) ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dan impitkan dengan air bebas ion hingga 1 liter.
- Standar 50 ppm S  
Pipet 5 ml standar 1000 ppm S ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan larutan pengekstrak hingga tanda tera 100 ml dan kocok hingga homogen.
- Deret standar S (0-50 ppm)  
Pipet standar 50 ppm S sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan pengekstrak. Deret standar ini memiliki kepekatan:  
0; 5; 10; 20; 30; 40; 50 ppm S
- Larutan  $\text{BaCl}_2$ -Tween  
Timbang 6 gram serbuk  $\text{BaCl}_2$  p.a. ke dalam botol kocok 250 ml, ditambahkan 4 ml Tween 80 dan botol digoyangkan agar campuran merata. Campuran dibiarkan semalam, selanjutnya ditambah 100 ml air bebas ion dan dikocok selama 2 jam hingga serbuk  $\text{BaCl}_2$  terlarut sempurna. Biarkan semalam sebelum digunakan.



- Larutan asam campur  
Ke dalam labu ukur 1 l yang berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, ditambahkan secara perlahan berturut-turut 250 ml CH<sub>3</sub>COOH glasial (100 %) p.a., 100 ml HCl pekat (37 %) p.a. dan 100 ml H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> pekat (70 %) p.a., kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 l.

#### 24.4. Cara kerja

Timbang 5,00 g contoh tanah dengan kehalusan <2 mm ke dalam botol kocok atau tabung sentrifusi. Ditambahkan 25 ml larutan pengekstrak Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> 500 ppm P dan dikocok selama 1 jam dengan mesin kocok. Disaring atau disentrifusi untuk mendapatkan ekstrak jernih. Dipipet 10 ml ekstrak jernih contoh dan deret standar SO<sub>4</sub> (0-50 ppm) ke dalam tabung kimia, ditambah 2 ml pereaksi BaCl<sub>2</sub>-Tween, kocok dan biarkan selama 15 menit. Ukur absorbansi larutan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 494 nm dengan deret standar sebagai pembanding.

#### 24.5. Perhitungan

Kadar sulfat tersedia (ppm S)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1000 \text{ ml} \times 1000\text{g/g contoh} \times \text{fp} \times 142/190 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 25/1000 \times 1000/5 \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 5 \times \text{fp} \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

### DAFTAR ACUAN

- Beaton, J.D., G.R. Burns dan J. Platou. 1968. Determination of Sulphur in Soil and Plant Material. Tech. Bull. No. 14. The Sulphur Institute, Washington DC.
- Rayment, G.E. dan F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Inkata Press, Melbourne-Sydney. p. 330.

## 25. Penetapan Potensial Redoks (E<sub>H</sub>) tanah

### 25.1. Dasar penetapan

E<sub>H</sub> adalah potensial elektroda atau ketersediaan elektron. E<sub>H</sub> tanah berkisar antara 700 (sangat teroksidasi) hingga -300 mV (sangat tereduksi) karena perubahan ketersediaan oksigen, kadar bahan redoks dan aktivitas mikroorganisme di dalam tanah. E<sub>H</sub> tanah diukur dengan pH-meter yang dilengkapi elektroda platina. E<sub>H</sub> merupakan sifat elektro kimia untuk mengukur derajat aerobiosis tanah dan tingkat transformasi biogeokimia hara tanaman.

Nilai potensial (E) yang terbaca di alat merupakan selisih E<sub>H</sub> tanah dengan E referensi sehingga E<sub>H</sub> tanah adalah E baca ditambah E referensi (E calomel = 244 mV; E Ag/AgCL = 208 mV). Nilai E referensi dikalibrasi dengan larutan kuinhidron dalam larutan sanga pH 4 yang memiliki E<sub>H</sub> = 463 mV.

## 25.2. Peralatan

- Botol kocok 100 ml
- Dispenser 50 ml/gelas ukur
- Mesin pengocok
- Labu semprot 500 ml
- pH meter dengan fasilitas mV
- Elektroda Pt kombinasi

## 25.3. Pereaksi

- Kuinhidron ( $C_6H_4O_2 \cdot C_6H_6O_2$ )
- Larutan sangga pH 4
- Larutan kuinhidron pH 4  
Campurkan sekitar 0,05 g serbuk kuinhidron dalam 25 ml larutan sangga pH 4. Larutan ini harus langsung digunakan dan tidak dapat disimpan.

## 25.4. Cara Kerja

Timbang 10,00 g contoh tanah <2 mm ke dalam botol kocok, ditambah 50 ml air bebas ion. Kocok dengan mesin pengocok selama 30 menit. Biarkan hingga tanah mengendap (bekas pengukuran pH  $H_2O$  bisa juga digunakan untuk pengukuran  $E_H$ ).

Ganti elektroda pH dengan elektroda Pt dan ubah mode alat dari pH ke mV. Celupkan elektroda ke dalam larutan kuinhidron pH 4 yang baru dibuat. Baca  $E$  kuinhidron setelah mantap. Pembacaan akan menunjukkan sekitar 219 mV untuk  $E$  calomel atau 255 mV untuk  $E$  Ag/AgCl. Celupkan elektroda Pt ke dalam endapan tanah, dan catat pembacaan setelah mantap.

## 25.5. Perhitungan

### a. Menentukan $E$ referensi

$$\begin{aligned} E_H \text{ kuinhidron} &= E \text{ referensi} + E \text{ baca} \\ E \text{ referensi (mV)} &= E_H \text{ kuinhidron} - E \text{ baca} \\ &= 463 - E \text{ baca} \end{aligned}$$

### b. Menghitung $E_H$ contoh

$$E_H \text{ contoh (mV)} = E \text{ referensi} + E \text{ baca}$$

## Catatan

$E_H$  dapat pula dinyatakan oleh  $pe$  dengan pengertian yang analog dengan pH yaitu  $-\log$  aktivitas elektron. Nilai  $pe$  dapat dihitung dari nilai  $E_H$  dengan rumus:  $pe = E_H/59$ , satuan  $E_H$  dalam mV. Oleh karena nilai  $E_H$  dapat diukur langsung, maka  $E_H$  yang biasa digunakan.

## DAFTAR ACUAN

- Hesse, P.R. 1971. A Textbook of Soil Chemical Analysis. Chemical Publishing Co., Inc. New York. p. 520.
- Yu Tian-ren. 1985. Physical Chemistry of Paddy Soils. Science Press, Beijing. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg. p. 217

## **26. Penetapan Kadar Serat Gambut**

### **26.1. Dasar penetapan**

Contoh diayak basah dengan saringan 100 mesh (0,149 mm) tanpa diremas dan dengan peremasan. Kadar serat (% volume/volume) yang tidak lolos 100 mesh digunakan untuk menentukan tingkat pelapukan tanah gambut.

### **26.2. Alat-alat**

- Alat injeksi (syringe) volume 10 ml yang dipotong ujungnya pada garis skala 0 ml.
- Kertas serap air atau kertas saring
- Saringan 100 mesh diameter 10 cm

### **26.3. Cara kerja**

Tanah organik (gambut) direndam dalam air dan kemudian sekitar 100 ml dikeringkan dengan cara menggulungnya dengan kertas saring (diperas bila perlu). Contoh gambut yang padat tapi jenuh air diaduk homogen untuk penetapan kadar serat. Contoh dimasukkan ke dalam alat injeksi dan diukur sebanyak 10 ml. Ditekan seperlunya agar tidak ada rongga udara. Kemudian dipindahkan ke atas ayakan 100 mesh dan disaring basah dengan guyuran air yang merata. Goyangkan saringan perlahan dan pengayakan selesai bila air yang keluar sudah jernih. Pindahkan contoh yang tersisa ke atas kertas saring dan gulung untuk mengeluarkan sisa air. Ukur volume sisa contoh dengan alat injeksi (serat tidak diremas). Sisa contoh dipindahkan lagi ke atas saringan dan lakukan pengayakan basah dengan pengadukan menggunakan pengaduk yang diberi lembar karet. Pengayakan selesai bila air yang mengalir di bawah saringan sudah jernih. Ukur volume sisa contoh dengan alat injeksi (serat diremas).

### **26.4. Perhitungan**

Kadar serat (%) = volume sisa contoh/volume contoh asal x 100

## **DAFTAR ACUAN**

USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4,0.

## **27. Penetapan Kadar Abu**

### **27.1. Prinsip**

Kadar abu/sisa pijar ditetapkan dengan cara pengabuan pada suhu 550 – 600°C, sehingga bahan organik menjadi CO<sub>2</sub> dan logam menjadi oksida logamnya. Bobot bahan yang hilang merupakan bahan organik yang dapat dikonversi menjadi kadar C-organik setelah dikalikan faktor 0,58.

### **27.2. Alat dan bahan**

- Cawan porselen
- Eksikator

- Neraca
- Tanur/furnace

### 27.3. Cara kerja

- Contoh tanah bekas penetapan kadar air dimasukkan ke dalam tanur.
- Mula-mula diabukan pada suhu 300°C selama 1,5 jam dan selanjutnya pada suhu 550-600°C selama 2,5 jam. Matikan tanur dan biarkan semalam.
- Dinginkan contoh dalam desikator kemudian timbang.

### 27.4. Perhitungan

$$\text{Kadar abu (\%)} = W_2 / W \times f_k \times 100$$

Keterangan:

W <sub>2</sub>	= berat abu dalam gram
W	= berat contoh dalam gram
f <sub>k</sub>	= faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)
0,58	= faktor konversi bahan organik ke karbon

## DAFTAR ACUAN

Association of Official Agriculture Chemists. 2002. Official Methods of Analysis of AOAC International. Volume 1. p. 2.5-2.37. *In* Horwitz, W. (Ed.). Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland, USA. 17<sup>th</sup> ed.

## 28. Penetapan Kadar Silikat Total

### I. Silikat Kasar

#### 28.1.1. Dasar penetapan

Contoh tanah diabukan pada suhu 550 – 600°C, sehingga bahan organik menjadi CO<sub>2</sub> dan logam menjadi oksida logamnya. Oksida logam dilarutkan dalam asam kuat dan dibuang, sehingga sisanya adalah SiO<sub>2</sub> yang tidak larut dalam asam kuat.

#### 28.1.2. Alat-alat

- Neraca analitik
- Cawan kuarsa
- Tanur Listrik (hingga 1000 °C)
- Eksikator
- Kertas saring tak berabu

#### 28.1.3. Pereaksi

Asam klorida (HCl) 37%, G.R.

#### 28.1.4. Cara kerja

Abu dalam piringan platina bekas penetapan kadar abu dibasahi dengan air bebas ion panas. Ditambahkan 3 ml HCl pekat dan diuapkan sampai kering di atas penangas air. Pengerjaan ini diulangi dua kali lagi. Kemudian ditambahkan 1 ml HC pekat dan 20 ml air

bebas ion panas. Dipanaskan di atas penangas air selama 5 menit. Selanjutnya disaring dengan kertas saring dan dibilas empat kali dengan air bebas ion panas. Kertas saring yang berisi endapan silikat dipindahkan ke dalam cawan kuarsa yang telah dipijarkan dan diketahui bobotnya. Dipijarkan dalam tanur mula-mula pada suhu 300°C selama setengah jam dan dilanjutkan hingga 600 °C selama tiga jam hingga tinggal endapan putih SiO<sub>2</sub>. Didinginkan selama 45 menit dalam eksikator dan ditimbang.

#### 28.1.5. Perhitungan

$$\text{Kadar SiO}_2 (\%) = \text{bobot SiO}_2 / \text{bobot contoh asal} \times 100 \times \text{fk}$$

Keterangan:

$$100 = \text{faktor konversi ke } \%$$

$$\text{fk} = \text{faktor koreksi kadar air} = 100 / (100 - \% \text{ kadar air})$$

### DAFTAR ACUAN

Association Official Agriculture Chemists. 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17<sup>th</sup> edition, Volume I. p. 2.5-2.37. *In* Horwitz, W. (Ed.). Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.

Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71. Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 64 hlm.

## II. Silikat Total

### 28.2.1. Dasar penetapan

Bahan yang tak larut dalam HCl, dengan HF akan membentuk SiF<sub>4</sub> yang mudah menguap.

### 28.2.2. Alat-alat

- Neraca analitik
- Gelas piala volume 150 ml
- Corong dari gelas
- Cawan platina/porselin
- Pemanas listrik/*hot plate*
- Tanur listrik/*muffle furnace*

### 28.2.3. Pereaksi

- Larutan HCl (1 : 1)  
Campurkan 1 bagian HCl pekat dengan 1 bagian air bebas ion.
- HF pekat
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat

### 28.2.4. Cara kerja

Timbang teliti 1.000 g contoh yang telah dihaluskan ke dalam piala gelas volume 150 ml. Tambahkan 25 ml HCl (1:1), didihkan sampai larut (15 menit). Encerkan

dengan air bebas ion dan saring dengan kertas saring tak berabu. Cuci endapan dengan air bebas ion sampai bebas klorida.

Masukkan endapan dan kertas saring tersebut ke dalam cawan platina yang telah diketahui beratnya, pijarkan dalam tanur pada 1.000°C selama 15 menit. Dinginkan dalam desikator dan timbang (W1). Selanjutnya abu ditetesi beberapa tetes HF dan 1 tetes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat. Panaskan di atas *hot plate*, pijarkan dalam tanur pada 1.000°C selama 15 menit, dinginkan dalam desikator dan timbang sampai bobot tetap (W2).

#### 28.2.5. Perhitungan

$$\text{Kadar SiO}_2 = (W1-W2)/ W \times 100 \%$$

Keterangan:

W1 = berat endapan setelah pemijaran pertama (g)

W2 = berat endapan setelah pemijaran kedua (g)

W = berat contoh (g)

### DAFTAR ACUAN

Association Official Agriculture Chemists. 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17<sup>th</sup> edition, Volume I. p. 2.5-2.37. In Horwitz, W. (Ed.). Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.

## 29. Penetapan Boron dan Molibdenum dengan Metode Air Panas

### 29.1. Dasar Penetapan

Boron dalam tanah terdapat pada status oksidasi 3+. Pada pH di bawah 7 sebagian besar boron terlarut dalam bentuk H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> dan hanya sedikit terjerap mineral liat tanah. Di atas pH 7, anion (B(OH)<sub>4</sub>)<sup>-</sup> merupakan bentuk boron yang dominan dan makin banyak yang dijerap. Molibdenum dalam tanah terutama berada dalam status oksidasi 6+ dalam bentuk ion molibdat (MoO<sub>4</sub><sup>2-</sup>). Bentuk-bentuk molibdenum dalam tanah dari yang paling dominan berturut-turut (MoO<sub>4</sub><sup>2-</sup>), HMoO<sub>4</sub><sup>-</sup>, H<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub><sup>0</sup>, MoO<sub>2</sub>(OH)<sup>+</sup> dan MoO<sub>2</sub><sup>2+</sup>. Pada sebagian besar tanah, dua bentuk terakhir dapat diabaikan. Ion molibdat dijerap oleh senyawa oksida, alumino silikat amorf dan sebagian kecil oleh mineral liat silikat. Semakin masam tanah, maka semakin banyak Mo yang dijerap. Oleh karena itu, Mo kurang larut pada tanah masam, terutama tanah masam yang mengandung besi oksida. Pengekstrak air panas menghasilkan kadar B dan Mo yang berkorelasi nyata dengan hasil tanaman pada sebagian besar tanah.

Kadar B dalam ekstrak diukur dengan metode Azometin-spektrofotometer, dan Mo diukur menggunakan SSA.

### 29.2. Alat-alat

- Neraca analitik
- Gelas piala 50 ml
- Hot plate

- Corong, diameter 11 cm
- Kertas saring Whatman No.1 (setara), diameter 11 cm
- Erlenmeyer 50 ml
- Pipet volume 1, 2 dan 30 ml
- Pipet ukur 10 ml
- Spektrofotometer UV-Vis
- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

### 29.3. Pereaksi

- Air bebas ion
- Arang aktif

### Penetapan B

- Larutan standar 100 ppm B  
Timbang 0,2857 serbuk  $H_3BO_3$  p.a. ke dalam labu ukur 500 ml dan dilarutkan dengan air bebas ion hingga tepat 500 ml.
- Larutan standar 2 ppm B  
Dipipet 2 ml larutan standar 100 ppm B ke dalam labu ukur 100 ml. Diencerkan dengan air bebas ion hingga 100 ml.
- Deret standar 0-2 ppm B  
Dipipet berturut turut 0; 1; 2 dan 4 ml standar 2 ppm B ke dalam tabung reaksi. Tambahkan air bebas ion sehingga volume masing-masing menjadi 4 ml. Deret standar ini mengandung: 0; 0,5; 1,0; dan 2,0 ppm B
- Larutan sangga  
Larutkan 100 g  $NH_4$ -Asetat, 10 g EDTA-4Na (Titriplex II) dan 4 g nitrilotriaceticacid (NTA) (Titriplex I) dengan 160 ml air bebas ion di dalam botol plastik. Ditambahkan perlahan 50 ml asam asetat glasial dan diaduk hingga homogen.
- Azomethine-H  
Larutkan 0,25 g azomethine-H dan 0,5 g asam askorbat dengan sekitar 25 ml air bebas ion di dalam erlenmeyer plastik 50 ml. Erlenmeyer direndam dalam air panas hingga larutan menjadi jernih. Simpan pereaksi ini dalam botol plastik berwarna gelap.

### Penetapan Mo

- Standar pokok 1.000 ppm Mo (Titrisol)
- Standar 30 ppm Mo  
Pipet 30 ml standar pokok Mo ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga 1.000 ml, lalu dikocok.

- Deret standar Mo  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 30 ppm Mo ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2 dan 0 ml air bebas ion, lalu dikocok.

#### 29.4. Cara kerja

Ditimbang 10 g contoh tanah <2 mm ke dalam gelas piala, ditambahkan 0,5 ml arang aktif dan air bebas ion sebanyak 20 ml (nisbah tanah : pengeksrak = 1 : 2), kemudian dikocok. Campuran dididihkan selama 5 menit di atas hot plate. Segera disaring ke dalam erlenmeyer 50 ml dan bila larutan keruh dikembalikan ke atas saringan semula. Kehilangan berat karena penguapan diganti dengan penambahan air bebas ion.

##### 29.4.1 Pengukuran boron

Dipipet masing-masing 4 ml ekstrak contoh dan deret standar boron ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 1 ml larutan sangga dan kocok. Kemudian tambahkan 1 ml Azomethine-H, kocok dan biarkan 1 jam. Boron dalam larutan diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 430 nm.

##### 29.4.2 Pengukuran Molibdenum

Kadar molibdenum dalam ekstrak jernih langsung diukur menggunakan SSA dengan nyala campuran N<sub>2</sub>O-asetilin pada panjang gelombang 313,3 nm dan deret standar Mo sebagai pembanding.

#### 29.5 Perhitungan

Kadar B dan Mo (ppm)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 20 / 1.000 \times 1.000 / 10 \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 2 \times \text{fp} \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
fp	=	faktor pengenceran (bila ada)
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

#### DAFTAR ACUAN

- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of Reference Methode for Soil Testing (revised edition).
- Jones Jr., J.B. 1984. Laboratory Guide of Exercises in Conducting Soil Tests and Plant Analysis. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia. p. 62.





### III. ANALISIS JARINGAN TANAMAN

#### 1. Persiapan Contoh

Contoh yang berasal dari lapangan sebelum dianalisis terlebih dahulu dicuci dengan air bebas ion untuk menghilangkan debu-debu dan kotoran lainnya yang dapat memberikan kesalahan pada hasil analisis. Contoh tanaman tersebut secepatnya dikeringkan dalam oven berkipas, bila perlu sebelumnya dipotong-potong agar pengeringan lebih cepat dan oven diset pada suhu 70°C.

Contoh yang telah kering kemudian digiling dengan grinder mesin yang menggunakan filter dengan kehalusan 0,5 mm. Contoh yang telah digiling dimasukkan ke dalam botol plastik ditutup rapat-rapat agar tidak terkontaminasi dan diberi nomor urut sesuai dengan nomor percobaan atau perlakuan. Contoh-contoh tersebut siap untuk analisis kimia.

#### 2. Penetapan Kadar Air

##### 2.1. Dasar penetapan

Contoh tanaman dipanaskan pada suhu 105°C untuk menghilangkan air selama 4 jam. Kadar air dari contoh diketahui dari perbedaan bobot contoh sebelum dan setelah dikeringkan. Faktor koreksi kelembapan dihitung dari kadar air contoh.

##### 2.2. Alat-alat

- Botol timbang
- Neraca analitik
- Oven
- Eksikator

##### 2.3. Cara kerja

Timbang 1.000 g contoh tanaman dengan kehalusan <0,5 mm ke dalam botol timbang yang telah diketahui bobot kosongnya. Masukkan ke dalam oven yang diset 105°C selama 4 jam. Angkat, dinginkan dalam eksikator dan ditimbang kembali.

##### 2.4 Perhitungan

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

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

#### DAFTAR ACUAN

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 3 p.2. 3.1.02 Method 922.02. AOAC International, Maryland, USA.
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 3 p.2. 3.2.01 Method 953.01. AOAC International, Maryland, USA.
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 3 p.1. 3.1.03 Method 930.04. AOAC International, Maryland, USA.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71. Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.

### 3. Penetapan N Kjeldahl Cara Pengabuan Basah dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

#### 3.1. Dasar penetapan

Senyawa nitrogen organik dioksidasi dalam lingkungan asam sulfat pekat dengan katalis campuran selen membentuk (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Kadar amonium dalam ekstrak dapat ditetapkan dengan cara destilasi atau spektrofotometri. Pada cara destilasi, ekstrak dibasakan dengan penambahan larutan NaOH. Selanjutnya, NH<sub>3</sub> yang dibebaskan diikat oleh asam borat dan dititar dengan larutan baku H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> menggunakan penunjuk Conway. Cara spektrofotometri menggunakan metode pembangkit warna indofenol biru.

Total nitrogen cara spektrofotometri dapat juga diuji menggunakan modifikasi Berthelot. Setelah dialisis amonia dibuffer dan diklorinasi menjadi monokloramin, penambahan dengan asam salisilat akan terbentuk senyawa 5-aminosalisilat. Melalui reaksi oksidasi dan kopling oksidatif menghasilkan senyawa kompleks yang berwarna hijau. Serapan kompleks tersebut diukur pada panjang gelombang 660 nm.

#### 3.2. Alat-alat

- Neraca analitik tiga desimal
- Tabung *digestion* & blok *digestion*
- Pengocok tabung
- Alat destilasi atau Spektrofotometer atau Autoanalyzer
- Labu semprot
- Labu didih 250 ml
- Erlenmeyer 100 ml
- Tabung reaksi

#### 3.3. Pereaksi

##### *Destruksi*

- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (95-97 %) p.a.  
Campuran selen p.a. (tersedia di pasaran) atau  
Dibuat dengan mencampurkan 1,55 g CuSO<sub>4</sub> anhidrat, 96,9 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat dan 1,55 g selen kemudian dihaluskan.

##### *Destilasi*

- Natrium Hidroksida 40%  
Dilutkan 400 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.
- Asam borat 1%  
Dilutkan 10 g H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> dengan 1 l air bebas ion.
- Penunjuk Conway  
Dilutkan 0,100 g merah metil (*metil red*) dan 0,150 g hijau bromkresol (*bromkresol green*) dengan 200 ml etanol 96%.
- Larutan baku asam sulfat 1 N (Titrisol)

- $\text{H}_2\text{SO}_4$  4 N  
Masukan 111 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a. pekat (95-97%) sedikit demi sedikit melalui dinding labu labu ukur 1.000 ml yang telah berisi sekitar 700 ml air bebas ion, kocok dan biarkan menjadi dingin. Tambahkan lagi air bebas ion hingga 1.000 ml, kocok.
- Larutan baku asam sulfat 0,050 N  
Pipet 50 ml larutan baku  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 N Titrisol ke dalam labu ukur 1 l. Encerkan dengan air bebas ion hingga 1 l. Atau:  
Pipet 12,5 ml asam sulfat 4 N ke dalam labu ukur 1 l. Diencerkan sampai 1 l dengan air bebas ion, kocok. Kenormalannya ditetapkan dengan bahan baku boraks.
- Asam borat 1%  
Dilartukan 10 g  $\text{H}_3\text{BO}_3$  dengan 1 l air bebas ion.
- Batu didih  
Dibuat dari batu apung yang dihaluskan.
- Standarisasi Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05 N  
Menimbang 0,5 – 1,0 gram  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  (boraks), larutkan dengan  $\text{H}_2\text{O}$  lalu dihipitkan sampai 100 ml. Larutan boraks dipipet 10 ml lalu tambahkan 3 tetes indikator MM dan dititrasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

#### *Spektrofotometri*

- Standar 0  
Encerkan ekstrak blanko dengan air bebas ion menjadi 50 ml. Jumlah blanko yang dikerjakan disesuaikan dengan volume standar 0 yang diperlukan.
- Standar pokok 1000 ppm N  
Timbang 4,7143 serbuk  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  p.a ke dalam labu ukur 1 liter. Tambahkan air bebas ion hingga tepat 1 liter dan kocok hingga homogen. Namun bisa juga menggunakan larutan titrisol  $\text{NH}_4$ .
- Standar 20 ppm N  
Buat dengan memipet 2 ml standar pokok 1000 ppm N ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan standar 0 hingga tepat 100 ml.
- Deret standar 0-20 ppm N  
Pipet 0: 1: 2: 4: 6: 8 dan 10 ml standar N 20 ppm masing masing kedalam tabung reaksi . tambahkan standar 0 hingga semuanya menjadi 10 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan 0; 2; 4; 8; 16; dan 20 ppm . lakukan pengocokan pada setiap pencampuran.
- Larutan Na- fenat  
Timbang 100 g serbuk  $\text{NaOH}$  p.a dan dilarutkan secara perlahan sambil diaduk dengan sekitar 500 ml air bebas ion di dalam labu ukur 1 l. Setelah dingin tambahkan 125 gram serbuk fenol dan diaduk hingga larut. Diencerkan dengan air bebas ion sampai 1 l.
- Larutan sangga tartrat  
Timbang 50 gram serbuk  $\text{NaOH}$  p.a. dan dilarutkan secara perlahan sambil diaduk dengan sekitar 500 ml air bebas ion di dalam labu ukur 1 l. Seltelah dingin tambahkan 50 g serbuk K.NA Tartrat dab diaduk hingga larut. Encerkan dengan air bebas ion sampai 1 l.

- Natrium hipoklorit ( NaOCl) 5 %

*Spektrofotometri Autoanalizer*

*Reagen untuk metode Indofenol biru*

- Standar 0  
Encerkan ekstrak blanko dengan air bebas ion menjadi 50 ml. Jumlah blanko yang dikerjakan disesuaikan dengan volume standar 0 yang diperlukan.
- Standar pokok 1.000 ppm NH<sub>4</sub> larutan titrisol.  
Standar 250 mg NH<sub>4</sub> /l  
Buat dengan memipet 250 ml standar pokok 1.000 mg NH<sub>4</sub> l<sup>-1</sup> ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan standar 0 hingga tepat 100 ml.
- Deret standar 0-250 mg NH<sub>4</sub> /l  
Pipet 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar N 250 mg NH<sub>4</sub> l<sup>-1</sup> masing-masing ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 hingga semuanya menjadi 10 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan 0; 25; 50; 100; 150; 200; dan 250 mg NH<sub>4</sub> l<sup>-1</sup>. Lakukan pengocokan pada setiap pencampuran.
  - Larutan Fenolat pekat (Na-Fenat)  
Ditimbang 56,3 g serbuk NaOH p.a. dan dilarutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion secara perlahan sambil diaduk. Setelah dingin ditambahkan 137 g serbuk fenol, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga 1 l, kocok. Simpan dalam botol berwarna gelap.
  - Larutan Fenolat encer  
Tambahkan 250 ml larutan fenolat pekat ke dalam 250 ml air bebas ion. Simpan dalam botol berwarna gelap, aduk dan siap digunakan.
  - Larutan Brij 15%  
Larutkan 37,5 g padatan Brij dengan 250 ml air bebas ion dalam botol kocok. Kocok hingga terlarut (4 jam).
  - Larutan sangga Tartrat  
Ditimbang 32 g serbuk NaOH p.a. dan 14 g Na-hidrogen fosfat ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion. Setelah dingin tambahkan 50 g K,Na-tartrat dan aduk hingga larut, tambahkan 4 ml larutan Brij 15%. Tambahkan air bebas ion hingga 1 l, kocok.
  - Natrium hipoklorit (NaOCl) 5%  
Encerkan 2x larutan natrium hipoklorit 10% dengan air bebas ion.

**Reagen untuk metode modifikasi Berthelot (Continuous Flow Analyzer) :**

- Standar 0  
Pipet 3,4 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat dan masukkan perlahan ke dalam labu ukur 100 ml yang telah berisi air bebas ion kira kira setengahnya goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 100 ml, kocok.
- Larutan brij 15%  
Larutkan 150 gram padatan brij dengan 1000 ml air bebas ion sambil dipanaskan kocok hingga larut.

- **Larutan Buffer atas** [Kalium Natrium Tartrat ( $C_4H_4O_6KNa \cdot 4H_2O$ ), Natrium Sitrat ( $C_6H_5O_7Na_3 \cdot 2H_2O$ ) dilarutkan dengan air, Brij 35 (30%)].
  - Dilarutkan 33 g kalium natrium tartrat dalam 800 ml air lalu ditambahkan 24 g natrium sitrat kemudian aduk hingga larut. Setelah larut, diimpitkan hingga 1 l.
  - Cek pH larutan dan jika diperlukan tetapkan hingga  $pH\ 5,2 \pm 0,1$  menggunakan HCl.
  - Tambahkan 6 ml Brij 15% dan aduk.
 Catatan: Larutan stabil selama 1 minggu, simpan dalam botol gelap.
- **Larutan Buffer Bawah** [Kalium Natrium Tartrat ( $C_4H_4O_6KNa \cdot 4H_2O$ ), Natrium Sitrat ( $C_6H_5O_7Na_3 \cdot 2H_2O$ ) dilarutkan dengan air, Natrium Hidroksida (NaOH), Brij 15%]
  - Dilarutkan 33 g kalium natrium tartrat dalam 800 ml air lalu ditambahkan 24 gram natrium sitrat kemudian aduk hingga larut. Setelah larut, diimpitkan hingga 1 l.
  - Cek pH larutan dan jika diperlukan tetapkan hingga  $pH\ 5,2 \pm 0,1$  menggunakan HCl.
  - Tambahkan 20 g NaOH l<sup>-1</sup>
  - Tambahkan 3 ml Brij 15% dan aduk.
 Catatan: Larutan stabil selama 1 minggu, simpan dalam botol gelap.
- **Larutan Natrium Salisilat** [Natrium Hidroksida (NaOH), Natrium Salisilat ( $C_7H_5NaO_3$ ) dilarutkan dengan air]
  - Dilarutkan 25 g NaOH dalam  $\pm 50$  ml air. Kemudian tambahkan  $\pm 800$  ml air
  - Tambahkan 80 g Natrium Salisilat
  - Diimpitkan hingga 1 l dengan air aduk hingga homogen
 Catatan: Larutan stabil selama 1 minggu, simpan dalam botol gelap.
- **Larutan Natrium Nitropusid** [Natrium Nitropusid ( $Na_2[Fe(CN)_5NO] \cdot 2H_2O$ )]
  - Dilarutkan 1 g natrium nitropusid dalam  $\pm 800$  ml air kemudian diimpitkan hingga 1 l dengan air
 Catatan: Larutan stabil selama 1 minggu. Simpan dalam botol gelap.
- **Larutan diklororisianurat** [Natrium dikloroisosianurat ( $C_3N_3O_3Cl_2Na \cdot 2H_2O$ )]
  - Dilarutkan 2 g natrium dikloroisosianurat dalam  $\pm 800$  ml air. Diimpitkan hingga 1 l dengan air, aduk hingga homogen.
 Catatan: Larutan stabil selama 1 minggu, simpan dalam botol gelap.

### 3.4 Cara kerja

#### *Destruksi contoh*

Timbang 0,250 g contoh tanaman <0,5 mm ke dalam tabung *digestion*. Ditambahkan 1 g campuran selen dan 2,5 ml  $H_2SO_4$  p.a. Campuran diratakan dan biarkan satu malam supaya diperarang. Siapkan pula blanko dengan memasukan hanya 1 g

campuran selen dan 2,5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p.a. ke dalam tabung *digestion*. Esoknya dipanaskan dalam blok *digestion* hingga suhu 350°C. Destruksi selesai bila keluar uap putih dan didapat ekstrak jernih (sekitar 4 jam).

Tabung diangkat, didinginkan dan kemudian ekstrak diencerkan dengan air bebas ion hingga tepat 50 ml. Kocok sampai homogen, biarkan semalam agar partikel mengendap. Ekstrak jernih digunakan untuk pengukuran N dengan cara destilasi atau cara kolorimetri.

### ***Pengukuran N***

#### ***Pengukuran N dengan cara destilasi***

Pipet 10 ml ekstrak contoh ke dalam labu didih. Tambahkan sedikit serbuk batu didih dan aquades hingga setengah volume labu. Disiapkan penampung NH<sub>3</sub> yang dibebaskan yaitu erlenmeyer yang berisi 10 ml asam borat 1% yang ditambah dua tetes indikator Conway (berwarna merah) dan dihubungkan dengan alat destilasi. Dengan gelas ukur, tambahkan NaOH 40% sebanyak 10 ml ke dalam labu didih yang berisi contoh dan secepatnya ditutup. Didestilasi hingga volume penampung mencapai 50–75 ml (berwarna hijau). Destilat dititrasi dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,050 N hingga warna merah muda. Catat volume titar contoh (V<sub>c</sub>) dan blanko (V<sub>b</sub>). Cara ini seperti penetapan N-Kjeldahl contoh tanah dan dapat dijadikan metode acuan.

#### ***Pengukuran N dengan spektrofotometer***

Pipet 1 ml ekstrak contoh ke dalam tabung reaksi, tambahkan 9 ml air bebas ion dan kocok dengan pengocok tabung. Pipet ke dalam tabung reaksi masing-masing 2 ml ekstrak encer dan deret standar. Tambahkan berturut-turut larutan sangga Tartrat dan Nafenat masing-masing sebanyak 4 ml, kocok dan biarkan 10 menit. Tambahkan 4 ml NaOCl 5%, kocok dan diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 636 nm setelah 10 menit sejak pemberian pereaksi ini.

Catatan: Warna biru indofenol yang terbentuk kurang stabil. Upayakan agar diperoleh waktu yang sama antara pemberian pereaksi dan pengukuran untuk setiap deret standar dan contoh.

#### **Pengukuran N dengan CFA**

Nyalakan alat sesuai prosedur operasional alat. Tuangkan ekstrak hasil destruksi yang telah diencerkan 50 ml ke dalam cup sampel. Masukkan tubing reagen ke dalam botol masing-masing reagen. Ukur kadar N dalam ekstrak jernih dengan deret standar N sebagai pembandingan, hasil pengukuran diprint.

### **3.5 Perhitungan**

Cara destilasi:

$$\begin{aligned} \text{Kadar N (\%)} &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 50 \text{ ml}/10 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 50/10 \times 100/250 \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

$V_{c, b}$	=	ml titar contoh dan blanko
N	=	normalitas larutan baku $H_2SO_4$
14	=	bobot setara Nitrogen
100	=	konversi ke %
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

Cara Spektrofotometri :

Kadar N (%)	=	ppm kurva x ml ekstrak/1000 x 100 / mg contoh x fp x fk
	=	ppm kurva x 50 /1000 x 100/250 x 10 x fk

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
100	=	konversi ke %
fp	=	faktor pengenceran (10)
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

Cara spektrofotometri/CFA Skalar:

Kadar N (%)	=	ppm kurva x ml ekstrak/1.000 ml x 100/mg contoh x 14/18 x fp x fk
	=	ppm kurva x 50/1.000 x 100/250 x 14/18 x 10 x fk
	=	ppm kurva x 0,2 x 14/18 x fk

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
100	=	konversi ke %
14/18	=	konversi $NH_4$ ke N
fp	=	faktor pengenceran (10)
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

## DAFTAR ACUAN

- ACIAR, 1990. Laboratory Techniques for Plant and Soil Analysis. *In* Lisle, L., J. Gaudron, and R. Lefroy. UNE-ACIAR- Crawford Fund. Department of Agronomy and Soil Science, University of New England, Armidale, Australia. and Australian Centre for International Agricultural Research. p. 149.
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 3 p.29. 3.5.10 Method 977.02. AOAC International, Maryland, USA.
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 4 p.27. 4.2.05 Method 976.05. AOAC International, Maryland, USA.
- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of Reference Method for Soil Testing. The Council on Soil Testing and Plant Analysis, University of Georgia Athens Georgia 306202 (Revised edition). p.129.



- Jones Jr., J.B. 1984. Laboratory guide of Exercises in Conducting Soil Tests and Plant Analysis. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia. p. 62.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71. Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.
- Walsh, L.M. and J.D. Beaton. 1973. Soil Testing and Plant Analysis edition. Soil Sci.Soc.Am., Madison,Wisconsin.
- The San++, Continuous Flow Analyzer, User Manual, Skalar

#### **4. Penetapan Unsur Hara Makro dan Mikro Cara Pengabuan Basah dengan HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub>**

##### **4.1 Dasar penetapan**

Unsur hara makro dan mikro total dalam tanaman dapat diekstrak dengan cara pengabuan basah menggunakan campuran asam pekat HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub>. Kadar unsur makro dan mikro dalam ekstrak diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) dan spektrofotometer sinar tampak.

##### **4.2 Alat-alat**

- Neraca analitik tiga desimal
- Tabung *digestion* & blok *digestion*
- Microwave digester
- Pengocok tabung
- Dispenser.
- Tabung reaksi
- Spektrofotometer UV-VIS
- Spektrofotometer serapan atom (SSA)

##### **4.3. Pereaksi**

- HNO<sub>3</sub> pekat (65 %) p.a.
- HClO<sub>4</sub> pekat (60 %) p.a.
- Standar 0 (larutan HClO<sub>4</sub> 0,6 %)
 

Pipet 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat (60 %) ke dalam labu ukur 100 ml yang telah berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 100 ml (pengenceran 100 x).
- Pereaksi P pekat
 

Larutkan 12 g (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub> Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O dalam 100 ml air. Tambahkan 140 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat dan 0,227 g K (SbO)C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>.0,5 H<sub>2</sub>O. Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- **Pereaksi pewarna P**

Campurkan 1,06 g asam askorbat dan 100 ml pereaksi P pekat. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.

- **Standar induk PO<sub>4</sub> 1.000 ppm (Titrisol)**  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk PO<sub>4</sub> Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1 l. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- **Standar induk PO<sub>4</sub> 200 ppm**  
Pipet 50 ml standar induk PO<sub>4</sub> 1.000 ppm Titrisol ke dalam labu 250 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- **Deret standar PO<sub>4</sub> ( 0-200 ppm)**  
Dipipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 200 ppm PO<sub>4</sub> ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 sehingga volume masing-masing menjadi 10 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 20; 40; 80; 120; 160; dan 200 ppm PO<sub>4</sub>.
- **Standar pokok S 1.000 ppm**  
Timbang 5,4459 g K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p.a. (kering 105°C) ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dan impitkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- **Standar S 50 ppm**  
Pipet 5 ml standar S 1.000 ppm ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan berturut-turut air bebas ion hingga setengahnya dan secara perlahan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat. Tambahkan lagi air bebas ion hingga tanda tera 100 ml dan kocok hingga homogen.
- **Deret standar S (0-50 ppm)**  
Pipet standar S 50 ppm sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan HClO<sub>4</sub> 0,6%. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10; 20; 30; 40; 50 ppm S.
- **Larutan BaCl<sub>2</sub>-Tween**  
Timbang 6 g serbuk BaCl<sub>2</sub> p.a. ke dalam botol kocok 250 ml, ditambahkan 4 ml Tween 80 dan botol digoyangkan agar campuran merata. Campuran dibiarkan semalam, selanjutnya ditambah 100 ml air bebas ion dan dikocok selama 2 jam hingga serbuk BaCl<sub>2</sub> terlarut sempurna. Biarkan semalam sebelum digunakan.
- **Larutan asam campur**  
Ke dalam labu ukur 1 l yang berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, ditambahkan secara perlahan berturut-turut 250 ml CH<sub>3</sub>COOH glasial (100%) p.a., 100 ml HCl pekat (37%) p.a. dan 100 ml H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> pekat (70%) p.a., kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 l.
- **Standar campur 200 ppm K, 50 ppm Na, 10 ppm Mg, 100 ppm Ca.**  
Pipet masing-masing:  
  - 20 ml standar pokok 1.000 ppm K
  - 5 ml standar pokok 1.000 ppm Na
  - 10 ml standar pokok 1.000 ppm Ca
  - 1,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mg
Campurkan dalam labu ukur 100 ml, ditambahkan perlahan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.

- Deret standar campur K (0-200 ppm), Na (0-50 ppm), Ca (0- 100 ppm), dan Mg (0-10 ppm).

Pipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan HClO<sub>4</sub> 0,6%. Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	20	40	60	80	120	200	ppm K
0	5	10	20	30	40	50	ppm Na
0	10	20	40	60	80	100	ppm Ca
0	1	2	4	6	8	10	ppm Mg

- Larutan La 2,5%  
Timbang 66,8467 g LaCl<sub>3</sub> .7H<sub>2</sub>O, ditambahkan 10 ml HCl 25% dan dilarutkan dengan air bebas ion, kemudian diimpitkan tepat 1 l.
- Larutan La 0,25%  
Larutan La 2,5% diencerkan 10 x dengan air bebas ion.
- Standar pokok Fe, Al, Mn, Cu dan Zn masing-masing 1.000 ppm  
Gunakan larutan standar Titrisol.
- Deret standar Al (0-50 ppm)  
Dipipet masing-masing 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 dan 5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Al ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan perlahan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10; 20; 30; 40; dan 50 ppm Al.
- Standar campur Fe (100 ppm), Mn (100 ppm), Cu (50 ppm), dan Zn (25 ppm)  
Pipet masing-masing:  
  - 10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Fe
  - 10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mn
  - 5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Cu
  - 2,5 ml standar pokok 1.000 ppm Zn
Campurkan dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan perlahan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campur Fe (0-100 ppm), Mn (0-100 ppm), Cu (0-50 ppm), dan Zn (0-25 ppm)  
Pipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan larutan standar 0 hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml.
- Standar campur Fe (10 ppm), Mn (10 ppm), Cu (5 ppm), dan Zn (2,5 ppm)  
Dipipet 10 ml standar campur Fe (100 ppm), Mn (100 ppm), Cu (50 ppm), dan Zn (25 ppm) ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan perlahan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.

- Deret standar campur Fe (0-10 ppm), Mn (0-10 ppm), Cu (0-5 ppm), dan Zn (0-2,5 ppm)  
Dipipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan larutan standar 0 hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml, kocok.

**Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:**

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	1	2	4	6	8	10	ppm Fe
<b>0</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>4</b>	<b>6</b>	<b>8</b>	<b>10</b>	ppm Mn
<b>0</b>	<b>0,5</b>	<b>1,0</b>	<b>2,0</b>	<b>3,0</b>	<b>4,0</b>	<b>5,0</b>	ppm Cu
<b>0</b>	<b>0,25</b>	<b>0,5</b>	<b>1,0</b>	<b>1,5</b>	<b>2,0</b>	<b>2,5</b>	ppm Zn

- Larutan standar 100 ppm B  
Timbang 0,2857 serbuk  $H_3BO_3$  p.a. ke dalam labu ukur 500 ml dan dilarutkan dengan air bebas ion hingga tepat 500 ml.
- Larutan standar 2 ppm B  
Pipet 2 ml larutan standar 100 ppm B ke dalam labu ukur 100 ml. Diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 100 ml.
- Deret standar 0-2 ppm B  
Dipipet berturut turut 0; 1; 2 dan 4 ml standar 2 ppm B ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 sehingga volume masing-masing menjadi 4 ml. Deret standar ini mengandung: 0; 0,5; 1,0; dan 2,0 ppm B
- Larutan sangga  
Larutkan 100 g  $NH_4$ -Asetat, 10 g EDTA-4Na (Titriplex II) dan 4 g nitrilotriaceticacid (NTA) (Titriplex I) dengan 160 ml air bebas ion di dalam botol plastik. Ditambahkan perlahan 50 ml asam asetat glasial dan diaduk hingga homogen.
- Azomethine-H  
Larutkan 0,25 g azomethine-H dan 0,5 g asam askorbat dengan sekitar 25 ml air bebas ion di dalam erlenmeyer plastik 50 ml. Erlenmeyer direndam dalam air panas hingga larutan menjadi jernih. Simpan pereaksi ini dalam botol plastik berwarna gelap.

#### 4.4 Cara kerja

##### Ekstraksi menggunakan *digest block*

Ditimbang 0,5 g contoh tanaman <0,5 mm ke dalam tabung digest, ditambahkan 5 ml asam nitrat p.a dan 0,5 ml asam perklorat p.a, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100°C selama 1 jam 30 menit, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 130°C selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150°C selama 2 jam 30 menit (sampai uap kuning habis, bila masih ada uap kuning waktu pemanasan ditambah lagi), setelah uap kuning habis suhu ditingkatkan menjadi 170°C selama 1 jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 200°C selama 1 jam (hingga terbentuk uap putih). Destruksi selesai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa larutan jernih sekitar 0,5 ml. Ekstrak

didinginkan kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 50 ml, lalu dikocok hingga homogen, biarkan semalam.

Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup

Timbang teliti 0,5 g contoh tanaman <0,5 mm ke dalam digestion vessel, tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a predigester pada suhu ruangan, tutup vessel dan tempatkan dalam microwave, atur power berdasarkan vessel yang digunakan. Naikkan suhu ke 200°C dalam waktu 15 menit. Panaskan pada microwave digester pada suhu 200°C selama 30 – 60 menit. Dinginkan dan encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

Ekstrak jernih digunakan untuk pengukuran unsur-unsur makro: P, K, Ca, Mg, Na, S dan unsur-unsur mikro: Fe, Al, Mn, Cu, Zn, dan B.

#### **4.4.1 Pengukuran P**

Dipipet masing-masing 5 ml ekstrak contoh dan deret standar P ke dalam tabung kimia. Ditambahkan 0,5 ml pereaksi pewarna P. Kocok dengan pengocok tabung sampai homogen dan biarkan 30 menit. P dalam larutan diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm. Bila hasil pengukuran melebihi deret standar dapat dilakukan pengenceran.

#### **4.4.2 Pengukuran K, Ca, Mg, dan Na**

Pipet 1 ml ekstrak dan deret standar masing-masing ke dalam tabung kimia dan ditambahkan 9 ml larutan La 0,25% (khusus untuk pengukuran Mg, ekstrak contoh diencerkan terlebih dahulu dengan standar nol sebanyak lima kali sebelum dipipet). Kocok dengan menggunakan pengocok tabung sampai homogen. K, Na, Ca dan Mg diukur dengan SSA dengan deret standar sebagai pembanding.

#### **4.4.3 Pengukuran S**

Pipet masing-masing 1 ml ekstrak dan deret standar S ke dalam tabung kimia. Ditambahkan masing-masing 4 ml air bebas ion, 1 ml asam campur dan 1 ml larutan BaCl<sub>2</sub>-tween kemudian kocok dengan pengocok tabung sampai homogen. Biarkan 30 menit dan kemudian diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 494 nm.

#### **4.4.4 Pengukuran Fe, Al, Mn, Cu dan Zn**

Fe, Al, Mn, Cu dan Zn diukur langsung dari ekstrak contoh menggunakan SSA. dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding. Al menggunakan nyala campuran gas N<sub>2</sub>O-asetilen, sedangkan yang lainnya menggunakan nyala campuran udara-asetilen.

#### **4.4.5 Pengukuran boron**

Pipet masing-masing 4 ml ekstrak contoh dan deret standar boron ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 1 ml larutan sangga dan kocok. Kemudian tambahkan 1 ml Azomethine-H, kocok dan biarkan 1 jam. Boron dalam larutan diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 430 nm.

#### 4.5 Perhitungan

Kadar P (%)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{B.A. P /B.M. PO}_4 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/500 \times 31/95 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,01 \times 31/95 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar K, Ca dan Na (%)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/500 \times 10 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,1 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar Mg (%)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/500 \times 50 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,5 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar S (%)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/500 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,01 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar Fe, Al, Mn, Cu, Zn dan B ( ppm )

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 1.000/0,5 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
100	=	faktor konversi ke %
1.000	=	faktor konversi ke ppm (mg kg-1)
fp	=	faktor pengenceran (kalau ada)
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

#### DAFTAR ACUAN

- ACIAR, 1990. Laboratory Techniques for Plant and Soil Analysis. *In* Lisle, L., J. Gaudron, and R. Lefroy. UNE-ACIAR- Crawford Fund. Department of Agronomy and Soil Science, University of New England, Armidale, Australia. and Australian Centre for International Agricultural Research. p. 149.
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 3 p.5. 3.2.05 Method 975.03. AOAC International, Maryland, USA.
- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of Reference Methode for Soil Testing The Council on Soil Testing and Plant Analysis, University of Georgia Athens Georgia 306202 (revised edition). p. 129.

- Jones Jr., J.B. 1984. Laboratory Guide of Exercises in Conducting Soil Tests and Plant Analysis. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia. p. 62.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71. Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 64 hlm.
- Walsh, L.M. and J.D. Beaton. 1973. Soil Testing and Plant Analysis edition. Soil Sci.Soc.Am., Madison, Wisconsin.

## **5. Penetapan Unsur Hara Makro**

### **Cara Pengabuan Basah dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**

#### **5.1 Dasar penetapan**

Unsur hara makro dan mikro total dalam tanaman dapat diekstrak dengan cara pengabuan basah menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Kadar makro dan mikro dalam ekstrak diukur menggunakan SSA dan spektrofotometer.

#### **5.2 Alat-alat**

- Neraca analitik tiga desimal
- Tabung *digestion* & blok *digestion*
- Microwave digester
- Pengocok tabung
- Dispenser
- Alat destilasi
- Labu didih 250 ml
- Erlenmeyer 100 ml bertera
- Tabung reaksi
- Spektrofotometer UV-VIS
- SSA

#### **5.3 Pereaksi**

- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (95-97%) p.a.
- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pekat (30%) p.a.
- Larutan NaOH 40%
- Larutan baku H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,050 N
- Penunjuk Conway
- Asam borat 1%
- Batu didih

- **Standar 0**

Encerkan ekstrak blanko dengan air bebas ion menjadi 50 ml. Jumlah blanko yang dikerjakan disesuaikan dengan volume standar 0 yang diperlukan.

- **Standar pokok 1.000 ppm N**

Ditimbang 4,7143 serbuk (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p.a. ke dalam labu ukur 1 l. Tambahkan air bebas ion hingga tepat 1 l dan kocok hingga larutan homogen.

- **Standar 20 ppm N dibuat dengan memipet 2 ml standar pokok 1.000 ppm N ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan standar 0 hingga tepat 100 ml.**
- **Deret standar 0-20 ppm N**  
Dipipet 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar N 20 ppm masing-masing ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 hingga semuanya menjadi 10 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan 0; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ppm N. Lakukan pengocokan pada setiap pencampuran.
- **Larutan Na-fenat**  
Ditimbang 100 g serbuk NaOH p.a. dan dilarutkan secara perlahan sambil diaduk dengan sekitar 500 ml air bebas ion di dalam labu ukur 1 l. Setelah dingin tambahkan 125 g serbuk fenol dan aduk hingga larut lalu diencerkan dengan air bebas ion sampai 1 l.
- **Larutan sangga Tartrat**  
Ditimbang 50 g serbuk NaOH p.a. dan dilarutkan secara perlahan sambil diaduk dengan sekitar 500 ml air bebas ion di dalam labu ukur 1 l. Setelah dingin tambahkan 50 g serbuk K, Na-tartrat dan aduk hingga larut. Diencerkan dengan air bebas ion sampai 1 l.
- **Natrium hipoklorit (NaOCl) 5%**
- **Pereaksi P pekat**  
Dilarutkan 12 g  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dalam 100 ml air. Tambahkan 140 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan 0,227 g  $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ . Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- **Pereaksi pewarna P**  
Campurkan 1,06 g asam askorbat dan 100 ml pereaksi P pekat, Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- **Standar induk  $\text{PO}_4$  1.000 ppm (Titrisol)**  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk  $\text{PO}_4$  Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1 l. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- **Standar induk  $\text{PO}_4$  200 ppm**  
Pipet 50 ml standar induk  $\text{PO}_4$  1.000 ppm titrisol ke dalam labu 250 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- **Deret standar  $\text{PO}_4$  (0-200 ppm)**  
Dipipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml standar 200 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 sehingga volume masing-masing menjadi 10 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 20; 40; 80; 120; 160; dan 200 ppm  $\text{PO}_4$ .
- **Standar campur 200 ppm K, 50 ppm Na, 10 ppm Mg, dan 100 ppm Ca.**  
Dipipet masing-masing:  
20 ml standar pokok 1.000 ppm K  
5 ml standar pokok 1.000 ppm Na  
10 ml standar pokok 1.000 ppm Ca  
1,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mg



Dicampurkan dalam labu ukur 100 ml, ditambahkan perlahan ekstrak 2 buah blanko. Bilas tabung dengan air bebas ion dan masukan air bilasan ke dalam labu. Tambahkan air bebas ion hingga tepat 100 ml.

- Deret standar campur K (0-200 ppm), Ca (0-100 ppm), Mg (0-10 ppm), dan Na (0-50 ppm)  
Dipipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan standar 0.
- Larutan La 2,5%  
Timbang 66,8467 g  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , ditambahkan 10 ml HCl 25% dan dilarutkan dengan air bebas ion, kemudian diimpitkan tepat 1 l.
- Larutan La 0,25%  
Larutan La 2,5% diencerkan 10 x dengan air bebas ion.

#### 5.4 Cara kerja

Ditimbang 0,250 g contoh tanaman <0,5 mm ke dalam tabung *digestion*. Ditambahkan 2,5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a., biarkan satu malam supaya diperarang. Esoknya dipanaskan dalam blok *digestion* selama satu jam pada suhu 100°C. Angkat dan biarkan mendingin, tambahkan 2 ml  $\text{H}_2\text{O}_2$  p.a., panaskan kembali dan suhu ditingkatkan menjadi 200°C, panaskan selama 1 jam. Angkat, biarkan agak dingin dan tambahkan kembali  $\text{H}_2\text{O}_2$  sebanyak 2 ml kemudian panaskan kembali hingga suhu 350°C. Pengerjaan ini diulang sampai keluar uap putih dan didapat sekitar 1 ml ekstrak jernih. Suhu tidak melebihi 350°C. Kerjakan blanko.

Tabung diangkat, didinginkan dan kemudian ekstrak diencerkan dengan air bebas ion hingga tepat 50 ml. Kocok sampai homogen dengan pengocok tabung, biarkan semalam supaya mengendap. Ekstrak jernih dapat digunakan untuk pengukuran N-Kjeldahl, P, K, Ca, Mg, dan Na.

##### 5.4.1 Pengukuran N dengan cara destilasi

Pipet 10 ml ekstrak contoh ke dalam labu didih. Tambahkan sedikit serbuk batu didih dan air bebas ion hingga setengah volume labu. Disiapkan penampung  $\text{NH}_3$  yang dibebaskan yaitu erlenmeyer yang berisi 10 ml asam borat 1% yang ditambah dua tetes indikator Conway dan dihubungkan dengan alat destilasi. Dengan gelas ukur, tambahkan NaOH 40% sebanyak 10 ml ke dalam labu didih yang berisi contoh dan secepatnya ditutup. Didestilasi hingga volume penampung mencapai 50–75 ml. Destilat dititrasi dengan asam standar ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,050 N). Catat volume titrasi (ml) untuk contoh ( $V_c$ ) dan blanko ( $V_b$ ). Cara ini seperti penetapan N-Kjeldahl contoh tanah dan dapat dijadikan metode acuan.

##### 5.4.2 Pengukuran N dengan spektrofotometer

Pipet 1 ml ekstrak contoh ke dalam tabung reaksi, tambahkan 9 ml air bebas ion dan kocok dengan pengocok tabung. Pipet ke dalam tabung reaksi masing-masing 2 ml ekstrak encer dan deret standar. Tambahkan berturut-turut larutan sangga Tartrat dan Nafenat masing-masing sebanyak 4 ml, kocok dan biarkan 10 menit. Tambahkan 4 ml NaOCl 5%, kocok dan diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 636 nm setelah 10 menit sejak pemberian pereaksi ini.

Catatan: Warna biru indofenol yang terbentuk kurang stabil. Upayakan agar diperoleh waktu yang sama antara pemberian pereaksi dan pengukuran untuk setiap deret standar dan contoh.

#### 5.4.3 Pengukuran P

Dipipet masing-masing 2 ml ekstrak contoh dan deret standar P ke dalam tabung kimia. Ditambahkan 10 ml pereaksi pewarna P. Kocok dengan pengocok tabung sampai homogen dan biarkan 30 menit. P dalam larutan diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm.

#### 5.4.4 Pengukuran K, Ca, Mg, dan Na

Dipipet 1 ml ekstrak dan deret standar masing-masing ke dalam tabung kimia dan ditambahkan 9 ml larutan La 0,25% (khusus untuk pengukuran Mg, ekstrak contoh diencerkan terlebih dahulu dengan standar nol sebanyak lima kali sebelum dipipet). Kocok dengan menggunakan pengocok tabung sampai homogen. K, Ca, Mg dan Na diukur dengan SSA dengan deret standar sebagai pembanding.

### 5.5 Perhitungan

N cara destilasi:

$$\begin{aligned} \text{Kadar N (\%)} &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 50 \text{ ml}/10 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 50/10 \times 100/250 \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

$V_{c, b}$	=	ml titar contoh dan blanko
N	=	normalitas larutan baku $\text{H}_2\text{SO}_4$
14	=	bobot setara Nitrogen
100	=	konversi ke %
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

N cara spektrofotometri:

$$\begin{aligned} \text{Kadar N (\%)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/250 \times 10 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,2 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
100	=	konversi ke %
fp	=	faktor pengenceran (kalau ada)
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

Kadar P (%)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{B.A. P}/\text{B.M. PO}_4 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/250 \times 31/95 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,02 \times 31/95 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar K, Ca dan Na (%)	= ppm kurva x ml ekstrak/1.000 ml x 100/mg contoh x fp x fk
	= ppm kurva x 50/1.000 x 100/250 x fp x fk
	= ppm kurva x 0,02 x fp x fk
Kadar Mg (%)	= ppm kurva x ml ekstrak/1.000 ml x 100/mg contoh x fp x fk
	= ppm kurva x 50/1.000 x 100/250 x 5 x fk
	= ppm kurva x 0,1 x fk
Keterangan:	
ppm kurva	= kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
100	= faktor konversi ke %
1.000	= faktor konversi ke ppm (mg kg <sup>-1</sup> )
fp	= faktor pengenceran (bila ada)
fk	= faktor koreksi kadar air = 100/(100 - % kadar air)

## DAFTAR ACUAN

- ACIAR, 1990. Laboratory Techniques for Plant and Soil Analysis. *In* Lisle, L., J. Gaudron, and R. Lefroy. UNE-ACIAR-Crawford Fund. Department of Agronomy and Soil Science, University of New England, Armidale, Australia. and Australian Centre for International Agricultural Research. p. 149.
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.1. 2.1.01 Method 929.08. AOAC International, Maryland, USA.
- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of reference methode for soil testing. The Council on Soil Testing and Plant Analysis, University of Georgia Athens Georgia 306202 (Revised edition). p. 129.
- Jones Jr., J.B. 1984. Laboratory Guide of Exercises in Conducting Soil Tests and Plant Analysis. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia. p. 62.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71. Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 64 hlm.
- Walsh, L.M. and J.D. Beaton. 1973. Soil Testing and Plant Analysis edition. Soil Sci.Soc.Am., Madison,Wisconsin.

## 6. Penetapan Unsur Logam Berat Total Cara Pengabuan Basah dengan HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub>

### 6.1 Dasar penetapan

Unsur logam berat total dalam tanaman dapat diekstrak dengan cara pengabuan basah menggunakan campuran asam pekat HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub>. Kadar logam berat dalam ekstrak diukur menggunakan SSA.

## 6.2 Alat-alat

- Neraca analitik tiga desimal
- Tabung *digestion* & blok *digestion*
- Microwave digester
- Pengocok tabung
- Dispenser
- Tabung reaksi
- Tabung sentrifusi
- SSA

## 6.3 Pereaksi

- HNO<sub>3</sub> pekat (65%) p.a.
- HClO<sub>4</sub> pekat (60%) p.a.
- Standard 0 (larutan HClO<sub>4</sub> 0,6%)  
Pipet 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat (60%) ke dalam labu ukur 100 ml yang telah berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Standar pokok 1.000 ppm Pb (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Cd (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Co (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Cr (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Ni (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Mo (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Ag (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm As (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Se (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Sn (Titrisol)  
(Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk logam berat Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok). Standar pokok ada juga yang sudah tersedia dalam botol 500 ml atau 1000 ml.

### *Sistem Nyala*

- **Standar Campuran 1 (ppm): (20 ppm Pb, 2 ppm Cd, 5 ppm Co, 10 ppm Ni, 20 ppm Cr)**  
Pipet 20 ml standar pokok Pb, 2 ml standar pokok Cd, 5 ml standar pokok Co, 20 ml standar pokok Cr dan 10 ml standar pokok Ni ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml lalu dikocok.
- **Standar Campuran 2 (ppm): (20 ppm Mo, 20 ppm As, 10 ppm Se)**  
Pipet 20 ml standar pokok Mo, 20 ml standar pokok As dan 10 ml standar pokok Se ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml lalu dikocok.

- **Deret standar campuran (ppm):**  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml larutan standar campuran ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2 dan 0 ml larutan standar 0, kocok. Deret Standar Campuran 1 akan memiliki konsentrasi: 0-20 ppm Pb, 0-2 ppm Cd, 0-5 ppm Co, 0-10 ppm Ni dan 0-20 ppm Cr. Deret Standar Campuran 2 akan memiliki konsentrasi: 0-20 ppm Mo, 0-20 ppm As, dan 0-10 ppm Se.
- **Standar 5 ppm Ag:**  
Pipet 2.5 ml standar pokok Ag ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga 500 ml.
- **Deret standar 0-5 ppm Ag:**  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 5 ppm Ag ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2; dan 0 ml standar 0, kocok
- **Standar 50 ppm Sn**  
Pipet 25 ml standar pokok Sn ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 500 ml.
- **Deret standar 0-50 ppm Sn:**  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 50 ppm Sn ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2 dan 0 ml standar 0, kocok.

*Sistem Tanur Grafit*

- **Standar Campuran 1 (ppb): (200 ppb Pb, 20 ppb Cd, 50 ppb Co, 100 ppb Ni, 200 ppb Cr)**  
Pipet 10 ml Standar Campuran 1 (ppm) ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga tanda garis 1.000 ml lalu dikocok.
- **Standar Campuran 2 (ppb): (100 ppb Mo, 100 ppb As, 50 ppb Se)**  
Pipet 5 ml Standar Campuran 2 (ppm) ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml lalu dikocok.
- **Standar 100 ppb Ag:**  
Pipet 20 ml Standar 5 ppm Ag ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml lalu dikocok.
- **Standar 200 ppb Sn**  
Dibuat Standar 5 ppm Sn dengan cara memipet 10 ml Standar 50 ppm Sn ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 100 ml lalu dikocok. Selanjutnya, pipet 20 ml Standar 5 ppm Sn ini ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 500 ml lalu dikocok.
- **Deret standar logam berat (ppb):**  
Pipet 0; 2,5; 5 dan 10 ml masing-masing standar ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 7,5; 5 dan 0 ml standar 0, kocok. Deret Standar Campuran 1 akan memiliki konsentrasi: 0-200 ppb Pb, 0-20 ppb Cd, 0-50 ppb Co, 0-100 ppb Ni dan 0-200 ppb Cr. Deret Standar Campuran 2 akan memiliki konsentrasi: 0-100 ppb Mo, 0-100 ppm As, dan 0-50 ppm Se. Deret standar 0-100 ppb Ag dan 0-200 ppb Sn.

## 6.4 Cara kerja

### Ekstraksi menggunakan *digest block*

Ditimbang teliti 2.500 g contoh tanaman halus <0,5 mm ke dalam tabung digest, ditambahkan 5 ml asam nitrat pekat, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100°C selama 1 jam 30 menit, dinginkan dan ditambahkan lagi 5 ml asam nitrat pekat dan 1 ml asam perklorat pekat. Kemudian dipanaskan hingga 130°C selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150°C selama 2 jam 30 menit (sampai uap kuning habis, bila masih ada uap kuning waktu pemanasan ditambah lagi), setelah uap kuning habis suhu ditingkatkan menjadi 170°C selama 1 jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 200°C selama 1 jam (hingga terbentuk uap putih). Destruksi selesai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa larutan jernih sekitar 1 ml. Ekstrak didinginkan kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 25 ml, lalu dikocok hingga homogen, biarkan semalam.

### Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup

Timbang teliti 0,5 g contoh tanaman <0,5 mm ke dalam digestion vessel, tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a predigester pada suhu ruangan, tutup vessel dan tempatkan dalam microwave, atur power berdasarkan vessel yang digunakan. Naikkan suhu ke 200°C dalam waktu 15 menit. Panaskan pada microwave digester pada suhu 200°C selama 30 – 60 menit. Dinginkan dan encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

Ekstrak jernih digunakan untuk pengukuran logam berat Pb, Cd, Co, Cr, Ni, As, Sn, Ag, Se, Mo menggunakan SSA metode Nyala untuk tingkat konsentrasi ppm dan SSA metode Tanur Grafit untuk tingkat konsentrasi ppb dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding. Mo dengan metode Nyala menggunakan campuran gas N<sub>2</sub>O dan asetilin, unsur lainnya campuran udara asetilen.

## 6.5 Perhitungan

### Ekstraksi menggunakan *digest block*

#### a. Kadar logam berat (ppm)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g} (\text{g contoh})^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 25 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g} / 2,5 \text{ g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

#### b. Kadar unsur logam berat (ppb)

$$\begin{aligned} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g} (\text{g contoh})^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 25 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g} / 2,5 \text{ g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 10 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup

#### a. Kadar logam berat (ppm)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g} (\text{g contoh})^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g} / 0,5 \text{ g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

b. Kadar unsur logam berat (ppb)

- =  $\text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk}$
- =  $\text{ppb kurva} \times 50 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g} / 0,5 \text{ g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk}$
- =  $\text{ppb kurva} \times 100 \times \text{fp} \times \text{fk}$

Keterangan:

- ppm/ppb kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.
- 1.000 g = faktor konversi ke ppm/ppb (mg/kg atau g/kg)
- fp = faktor pengenceran (bila ada)
- fk = faktor koreksi kadar air =  $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

## DAFTAR ACUAN

- ACIAR, 1990. Laboratory Techniques for Plant and Soil Analysis. *In* Lisle, L., J. Gaudron, and R. Lefroy. UNE-ACIAR- Crawford Fund. Department of Agronomy and Soil Science, University of New England, Armidale, Australia. and Australian Centre for International Agricultural Research. p. 149.
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 3 p.5. 3.2.05 Method 975.03. AOAC International, Maryland, USA.
- Jones Jr., J.B. 1984. Laboratory Guide of Exercises in Conducting Soil Tests and Plant Analysis. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia. p. 62.
- USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4,0.

## 7. Penetapan Raksa dengan SSA Cara Uap Dingin

### 7.1 Dasar penetapan

Metode SSA nyala yang biasa tidak cukup peka dalam mengukur raksa (Hg). Metode SSA uap dingin dapat mengukur Hg hingga level ppb (*part per billion*= $10^{-9}$ ). Contoh didestruksi dalam campuran asam pekat  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$ . Hg dalam analit direduksi dengan  $\text{SnCl}_2$  dalam suasana asam yang langsung membentuk uap atom Hg, sehingga tidak perlu nyala (teknik uap dingin). Uap Hg dibawa oleh aliran gas inert (nitrogen atau argon) ke dalam sel kuarsa. Sinar dari lampu katode Hg yang melewati sel diabsorpsi oleh uap atom Hg dan diukur dengan SSA.

### 7.2 Alat alat

- Neraca analitik
- Vortex mixer
- Tabung *digestion* & blok *digestion*
- Microwave digester
- Spektrometer serapan atom
- Generator uap raksa
- Tabung reaksi 20 ml

- Labu ukur 1 l
- Erlenmeyer 100 ml
- Pipet 1-10 ml

### 7.3 Perekasi

- HNO<sub>3</sub> pekat (65%) p.a.
- HClO<sub>4</sub> pekat (60%) p.a.
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (95-97%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi (DHL < 1 μ S/cm)
- Standar pokok 1.000 ppm Hg (Titrisol)
- Standar 100 ppm Hg:  
Pipet 10 ml standar pokok Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Standar 10 ppm Hg:  
Pipet 10 ml standar 100 ppm Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Standar 1000 ppb Hg:  
Pipet 10 ml standar 10 ppm Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Deret standar Hg: 0; 25; 50; dan 100 ppb Hg  
Pipet masing-masing 0; 2,5; 5 dan 10 ml standar 1000 ppb Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tanda garis. Larutan standar harus selalu segar.
- Larutan SnCl<sub>2</sub> 0,1% dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N  
Sebanyak 1 g SnCl<sub>2</sub> dilarutkan dengan H<sub>2</sub>O hingga sekitar 500 ml di dalam labu ukur 1 l. Ditambahkan perlahan 27 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p) sambil labu digoyangkan dan dijadikan 1 l dengan H<sub>2</sub>O,
- Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 N  
Sebanyak 13 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p) dimasukkan perlahan ke dalam labu ukur 1 l yang berisi sekitar 500 ml H<sub>2</sub>O, dijadikan 1 l dengan H<sub>2</sub>O dan kocok hingga homogen.

### 7.4. Cara kerja

#### Ekstraksi menggunakan *digest block*

Ditimbang teliti 2,5 g contoh tanaman halus <0,5 mm ke dalam tabung digest, ditambahkan 5 ml asam nitrat pekat, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100°C selama 1 jam 30 menit, dinginkan dan ditambahkan lagi 5 ml asam nitrat pekat dan 1 ml asam perklorat pekat. Kemudian dipanaskan hingga 130°C selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150°C selama 2 jam 30 menit (sampai uap kuning habis, bila masih ada uap kuning waktu pemanasan ditambah lagi), setelah uap kuning habis suhu ditingkatkan menjadi 170°C selama 1 jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 200°C selama 1 jam (hingga terbentuk uap putih). Destruksi selesai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa



larutan jernih sekitar 1 ml. Ekstrak didinginkan kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 25 ml, lalu dikocok hingga homogen, biarkan semalam.

Ekstrak jernih diukur dengan SSA yang dilengkapi generator uap pada 253,7 nm dengan deret standar Hg sebagai pembanding. Gas pembawa dialirkan, pereaksi SnCl<sub>2</sub>, larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

#### **Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup**

Timbang teliti 0,5 g contoh tanaman <0,5 mm ke dalam digestion vessel, tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a predigester pada suhu ruangan, tutup vessel dan tempatkan dalam microwave, atur power berdasarkan vessel yang digunakan. Naikkan suhu ke 200°C dalam waktu 15 menit. Panaskan pada microwave digester pada suhu 200°C selama 30 – 60 menit. Dinginkan dan encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

Ekstrak jernih diukur dengan SSA yang dilengkapi generator uap pada 253,7 nm dengan deret standar Hg sebagai pembanding. Gas pembawa dialirkan, pereaksi SnCl<sub>2</sub>, larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

#### **7.5. Perhitungan**

Ekstraksi Menggunakan digest block

$$\begin{aligned} \text{Kadar Hg (ppb)} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 25 \text{ ml} / 1000 \text{ ml} \times 1000 \text{ g} / 2,5 \text{ g} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 10 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Ekstraksi menggunakan microwave digester

$$\begin{aligned} \text{Kadar Hg (ppb)} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 50 \text{ ml} / 1000 \text{ ml} \times 1000 \text{ g} / 0,5 \text{ g} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 100 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

$$\begin{aligned} \text{ppb kurva} &= \text{kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara} \\ &\quad \text{kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi} \\ &\quad \text{blanko.} \\ \text{fp} &= \text{faktor pengenceran (bila ada)} \\ \text{fk} &= \text{faktor koreksi kadar air} = 100 / (100 - \% \text{ kadar air}) \end{aligned}$$

#### **DAFTAR ACUAN**

- American Society of Agronomy and Soil Science Society of America. 1982. Methods of soil analysis, 2<sup>nd</sup> ed., Part 2. In Page, A.L., R.H. Miller, and D.R. Keeney (Eds.). Chemical and microbiological properties. Madison, Wisconsin, USA. p. 1159.
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 3 p.5. 3.2.05 Method 975.03. AOAC International, Maryland, USA.

SNI 19-7763-2018 Pupuk Organik Padat

USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4,0.

## 8. Penetapan As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida

### 8.1 Dasar penetapan

Metode generasi uap meningkatkan kepekaan teknik spektrometer serapan atom untuk logam-logam yang membentuk hidrida (As, Sb, Se, Sn dan Bi). Contoh didestruksi dengan campuran asam pekat  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$ . Metode  $\text{NaBH}_4$  mereaksikan unsur analit dalam larutan asam dengan natrium borohidrida membentuk gas hidrida. Uap hidrida dibawa oleh aliran gas inert (nitrogen atau argon) ke dalam tabung kuarsa yang dipanaskan sehingga terjadi dekomposisi. Sinar dari lampu katode yang diabsorpsi oleh atom analit ditetapkan seperti cara SSA yang biasa.

### 8.2 Alat alat

- Neraca analitik
- Vortex mixer
- Tabung *digestion* & blok *digestion*
- Microwave digester
- Spektrometer serapan atom (SSA)
- Generator hidrida
- Labu ukur 1 L
- Pipet 1-10 ml
- Tabung reaksi 30 ml

### 8.3 Pereaksi

- $\text{HNO}_3$  pekat (65%) p.a.
- $\text{HClO}_4$  pekat (60%) p.a.
- $\text{HCl}$  pekat (37%) p.a.
- Larutan natrium borohidrida,  $\text{NaBH}_4$  1%  
Larutkan 10 g  $\text{NaBH}_4$  dan 4 g  $\text{NaOH}$  dalam labu ukur 1 l dengan air bebas ion, encerkan dan impitkan hingga tanda garis. Larutan ini harus selalu segar.
- Larutan  $\text{HCl}$  1 N  
Encerkan 100 ml  $\text{HCl}$ (pa) dalam gelas piala, tambahkan air bebas ion 1100 ml. Larutan ini harus selalu baru.
- Pereaksi natrium iodida atau kalium iodida 20%  
Larutkan 20 g  $\text{NaI}$  (KI) dalam labu ukur 100 ml dengan air bebas ion dan impitkan hingga tanda garis. Larutan harus selalu baru.
- Pereaksi ascorbic acid 10%  
Larutkan 10 ascorbic acid dalam labu ukur 100 ml dengan air bebas ion dan impitkan hingga tanda garis. Larutan harus selalu baru.

- Standar Arsen (100 ppm)  
Pipet 10 ml standar pokok As ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar Arsen (10 ppm)  
Pipet 10 ml standar As 100 ppm ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar Arsen (1 ppm)  
Pipet 10 ml standar As 10 ppm ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Larutan Na-borohidrat 1%  
Timbang 0,4 gram NaOH p.a. dan 1 gram NaBH<sub>4</sub> p.a. dalam 100 ml air bebas ion. Pereaksi Na-borohidrat harus dibuat fresh.
- Larutan HCl 1 N  
Pipet 8,33 HCl pekat dan dilarutkan dengan air bebas ion hingga 100 ml.
- Standar pokok 1000 ppm Se
- Standar 100 ppm Se  
Pipet 10 ml standar pokok 1000 ppm Se diencerkan dengan air bebas ion hingga 100 ml, lalu dikocok.
- Standar 10 ppm Se  
Pipet 10 ml standar 100 ppm Se diencerkan dengan air bebas ion hingga 100 ml, lalu dikocok.
- Standar 1 ppm Se  
Pipet 10 ml standar 10 ppm Se diencerkan dengan air bebas ion hingga 100 ml, lalu dikocok.
- Deret standar 0-15 ppb Se  
Pipet masing-masing 0; 50; 100 dan 150  $\mu$  larutan standar 1 ppm Se ke dalam tabung reaksi 30 ml, kemudian tambahkan masing-masing 5000; 4950; 4900 dan 4850  $\mu$  air bebas ion. Tambahkan 4 ml HCl pekat dan ditambahkan air bebas ion hingga 20 ml lalu kocok.  
Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10 dan 15 ppb
- Standar 0 (larutan HClO<sub>4</sub> 10%)  
Dipipet 10 ml HClO<sub>4</sub> pekat (60%) ke dalam labu ukur 100 ml yang telah berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Standar pokok 1.000 ppm As, Sb, Se, Sn dan Bi (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar logam berat Titrisol di dalam ampul masing-masing ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar campuran 500 ppb As, Sb, Se, Sn dan Bi:  
Pipet 0,5 ml standar pokok As, Bi, Sb, Se, Sn dan Te ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.

- Deret standar campuran 0; 10; 20; 30; 40 dan 50 ppb As, Sb, Se, Sn dan Bi: Pipet masing-masing 0; 1; 2; 3; 4 dan 5 ml standar dampuran 500 ppb ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis. Larutan deret standar harus selalu baru.

#### 8.4. Cara kerja

Ekstraksi menggunakan *digest block*

Ditimbang teliti 2.500 g contoh tanaman ke dalam tabung digest, ditambahkan 5 ml asam nitrat p.a, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100°C selama 1 jam 30 menit, dinginkan dan ditambahkan lagi 5 ml asam nitrat p.a. dan 1 ml asam perklorat p.a. Kemudian dipanaskan hingga 130°C selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150°C selama 2 jam 30 menit (sampai uap kuning habis, bila masih ada uap kuning waktu pemanasan ditambah lagi), setelah uap kuning habis suhu ditingkatkan menjadi 170°C selama 1 jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 200°C selama 1 jam (hingga terbentuk uap putih). Destruksi selesai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa larutan jernih sekitar 1 ml. Ekstrak didinginkan kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 25 ml, lalu dikocok hingga homogen, biarkan semalam.

Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup

Timbang teliti 0,5 g contoh tanaman <0,5 mm ke dalam digestion vessel, tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a predigester pada suhu ruangan, tutup vessel dan tempatkan dalam microwave, atur power berdasarkan vessel yang digunakan. Naikkan suhu ke 200°C dalam waktu 15 menit. Panaskan pada microwave digester pada suhu 200°C selama 30 – 60 menit. Dinginkan dan encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

**Pengukuran unsur logam berat As, Se, Sn, Sb dan Bi**

**Pengukuran unsur logam berat Se.**

Dituangkan sekitar 10 ml contoh jernih ke dalam tabung kimia. Tambahkan 4 ml HCl pekat dan 6 ml air bebas ion. Alirkan gas pembawa dan masukkan pereaksi serta deret standar/sampel ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing. Ukur Se dengan AAS menggunakan deret standar sebagai pembandingan pada panjang gelombang 196 nm.

**Pengukuran unsur logam berat As.**

Preparasi Deret standar As 0, 1, 2, 5 ppb. Dipipet masing-masing 0, 10, 20, 50 l larutan standar As 1 ppm ke dalam tabung reaksi 30 ml. Ditambahkan 2 ml KI 20%, 0,4 ml ascorbic acid 10% dan 3 ml HCl (p.a). Kemudian ditambahkan air bebas ion sampai total volume 20 ml. Aduk dan biarkan selama 30 menit sebelum diukur.

Preparasi contoh untuk pengukuran As. Dipipet ekstrak jernih dan blanko 10 ml ke dalam tabung reaksi 30 ml. Ditambahkan 2 ml KI 20%, 0,4 ml ascorbic acid 10% dan 3 ml HCl (p.a). Kemudian ditambahkan air bebas ion sampai total volume 20 ml. Aduk dan biarkan selama 30 menit sebelum diukur.

Gas pembawa dialirkan, pereaksi Na-borohidrida, larutan HCl 1 N, dan deret standar/ccontoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing. Ukur As dengan AAS menggunakan deret standar sebagai pembandingan pada panjang gelombang 193,7 nm.

Logam berat lainnya dapat diukur langsung. Ukur larutan deret standar campuran, ekstrak contoh dan blanko menggunakan SSA yang dilengkapi dengan sistem Hidrida.

### 8.5. Perhitungan

Ekstrak digest block

Kadar logam berat (ppb)

$$\begin{aligned} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 25 \text{ ml} / 1000 \text{ ml} \times 1000 \text{ g} / 2,5 \text{ g} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 10 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Ekstrak microwave digester

Kadar logam berat (ppb)

$$\begin{aligned} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 50 \text{ ml} / 1000 \text{ ml} \times 1000 \text{ g} / 0,5 \text{ g} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 100 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppb kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

fk = faktor koreksi kadar air =  $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

### DAFTAR ACUAN

American Society of Agronomy and Soil Science Society of America. 1982. Methods of soil analysis, 2<sup>nd</sup> ed., Part 2. *In* Page, A.L., R.H. Miller, and D.R. Keeney (Eds.). Chemical and microbiological properties. Madison, Wisconsin, USA. p. 1159.

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 3 p.5. 3.2.05 Method 975.03. AOAC International, Maryland, USA.

SNI 19-7763-2018

Jones Jr., J.B. 1984. Laboratory Guide of Exercises in Conducting Soil Tests and Plant Analysis. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia. p. 62.

USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4,0.

## 9. Penetapan Kadar Abu

### 9.1. Prinsip

Kadar abu/sisa pijar ditetapkan dengan cara pengabuan pada suhu 550-800°C, sehingga bahan organik menjadi CO<sub>2</sub> dan logam menjadi oksida logamnya. Bobot bahan

yang hilang merupakan bahan organik yang dapat dikonversi menjadi kadar C-organik setelah dikalikan faktor 0,58.

## 9.2. Alat dan bahan

- Cawan porselen
- Eksikator
- Neraca
- Tanur/furnace

## 9.3. Cara kerja

Contoh tanaman dari penguatan penetapan kadar air dimasukkan ke dalam tanur. Mula-mula diabukan pada suhu 300°C selama 1,5 jam dan selanjutnya pada suhu 550-800°C selama 2,5 jam. Atau sampai pengabuan sempurna. Matikan tanur dan biarkan semalam. Dinginkan contoh dalam desikator kemudian timbang.

## 9.4. Perhitungan

$$\text{Kadar abu (\%)} = W_2 / W \times f_k \times 100$$

Keterangan:

- W<sub>2</sub> = berat abu dalam gram
- W = berat contoh dalam gram
- f<sub>k</sub> = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

## DAFTAR ACUAN

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 3 p.1. 3.1.05 Method 920.08. AOAC International, Maryland, USA.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71. Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.

## 10. Penetapan Kadar Silikat Kasar

### 10.1. Dasar penetapan

Contoh tanaman diabukan pada suhu 550-800°C, sehingga bahan organik menjadi CO<sub>2</sub> dan logam menjadi oksida logamnya. Oksida logam dilarutkan dalam asam kuat dan dibuang, sehingga sisanya adalah SiO<sub>2</sub> yang tidak larut dalam asam kuat.

### 10.2. Alat-alat

- Neraca analitik
- Cawan kuarsa
- Tanur Listrik (hingga 1000 °C)
- Eksikator
- Kertas saring tak berabu

### 10.3. Pereaksi

Asam klorida (HCl) 37%, G.R.

#### 10.4. Cara kerja

Abu dalam cawan kuarsa bekas penetapan kadar abu dibasahi dengan air bebas ion panas. Ditambahkan 3 ml HCl pekat dan diuapkan sampai kering di atas penangas air. Pengerjaan ini diulangi dua kali lagi. Kemudian ditambahkan 1 ml HCl pekat dan 20 ml air bebas ion panas. Dipanaskan di atas penangas air selama 5 menit. Selanjutnya disaring dengan kertas saring dan dibilas empat kali dengan air bebas ion panas. Kertas saring yang berisi endapan silikat dipindahkan ke dalam cawan kuarsa yang telah dipijarkan dan diketahui bobotnya. Dipijarkan dalam tanur mula-mula pada suhu 300°C selama setengah jam dan dilanjutkan hingga 600°C selama tiga jam hingga tinggal endapan putih SiO<sub>2</sub>. Didinginkan selama 45 menit dalam eksikator dan ditimbang.

#### 10.5. Perhitungan

$$\text{Kadar SiO}_2 (\%) = \text{bobot SiO}_2 / \text{bobot contoh asal} \times 100 \times \text{fk}$$

#### DAFTAR ACUAN

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 3 p.1. 3.1.05 Method 920.08. AOAC International, Maryland, USA.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71. Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.

## IV. ANALISIS AIR IRIGASI

### 1. Persiapan Contoh

Contoh air yang berasal dari lapang sebelum dianalisis terlebih dahulu diperiksa label dan nomor contoh dan segera dianalisis. Apabila contoh air tidak dapat langsung dianalisis maka contoh harus disimpan ditempat dengan suhu rendah terutama untuk analisis kadar N dalam air

### 2. Penetapan Kadar Lumpur

#### 2.1 Dasar penetapan

Lumpur disaring dengan kertas saring dan ditimbang bobotnya setelah dikeringkan. Jumlah lumpur dihitung berdasarkan bobot lumpur dalam satuan volume air  $\text{g l}^{-1}$ . Filtrat digunakan untuk penetapan kation dan anion.

#### 2.2 Alat-alat

- Piring aluminium
- Kertas saring berlipat
- Corong berdiameter 15 cm
- Erlenmeyer 1 l
- Pengering listrik  $105^{\circ}\text{C}$

#### 2.3 Perekasi

- Air bebas ion

#### 2.4 Cara kerja

Kertas saring berlipat disimpan di atas piring aluminium kering yang telah diketahui bobotnya kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 0,5 - 1 jam. Selanjutnya, masukan piring yang berisi kertas saring ke dalam eksikator dan setelah dingin ditimbang (A mg).

Ke dalam erlenmeyer berskala disaring 100 hingga 500 ml contoh air (tergantung volume contoh dan kadar lumpurnya) dengan kertas saring kering yang telah diketahui bobotnya. Filtrat dapat digunakan untuk penetapan kation dan anion. Lumpur dalam kertas saring dimasukkan kembali ke dalam piring aluminium dan dikeringkan pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 1 - 3 jam, didinginkan dalam eksikator dan ditimbang (B mg).

#### 2.5 Perhitungan

Kadar lumpur ( $\text{mg l}^{-1}$ ) =  $(B - A) \times 1.000 \text{ ml/ml}$  contoh yang disaring

Keterangan:

- A = berat kertas saring kosong (mg)
- B = berat kertas saring + lumpur kering
- 1.000 = faktor dari ml ke l



## DAFTAR ACUAN

- American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. In Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project. p. 191
- Sudjadi M, dan I M. Widjik S. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 45 hlm
- SNI 6989.3:2019 Cara Uji Padatan Tersuspensi Total (Total Suspended Solids/TSS) secara Gravimetri

### 3. Penetapan Daya Hantar Listrik

#### 3.1 Dasar penetapan

Daya hantar listrik dalam air dapat diukur langsung dengan alat konduktometer.

#### 3.2 Alat-alat

- Konduktometer dengan sel platina
- Piala gelas 100 ml
- Thermometer

#### 3.3 Pereaksi

- Larutan baku NaCl 692 ppm yang memiliki daya hantar listrik sebesar  $1413 \mu \text{ S cm}^{-1}$ .

#### 3.4 Cara kerja

Alat konduktometer dinyalakan. Elektroda dicuci (disemprot) dengan air bebas ion lalu dikeringkan dengan tissue. Alat dikalibrasi dengan memasukan elektrode ke dalam larutan baku NaCl. Tepatkan pembacaan alat menjadi  $1413 \mu \text{ S cm}^{-1}$ .

Setelah kalibrasi selesai elektroda dicuci lalu dikeringkan. Masukkan elektroda ke dalam contoh yang akan diukur (kira-kira 50 ml) dan baca setelah angka stabil. Setiap akan mengukur contoh elektroda dicuci dan dikeringkan dengan tisu.

Setelah selesai elektroda dicuci dengan air bebas ion kemudian dikeringkan menggunakan tisu. Alat dimatikan.

## DAFTAR ACUAN

- American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. In Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project.

Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.

Sudjadi M, dan I M. Widjik S. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor

SNI 6989.1:2019. Cara Uji Daya Hantar Listrik (DHL)

## **4. Penetapan pH**

### **4.1. Dasar penetapan**

Nilai pH air dapat diukur langsung dengan pH meter menggunakan elektrode gelas kombinasi.

### **4.2. Alat-alat**

pH-meter dengan elektroda gelas kombinasi

### **4.3. Pereaksi**

Larutan sangga pH 7,00 dan pH 4,01

### **4.4. Cara kerja**

Tombol suhu pada alat pengukur pH disesuaikan dengan suhu larutan yang diperiksa. pH-meter dikalibrasi dengan larutan penyangga pH 7,00 dan pH 4,01. Bilas elektrode dengan air bebas ion dan keringkan dengan tisu sebelum pengukuran setiap contoh/larutan sangga.

Elektroda di masukan ke dalam contoh (kira-kira 25 ml) baca setelah angka stabil. Bilas elektrode dengan air bebas ion dan keringkan dengan tisu sebelum pengukuran setiap contoh/larutan sangga.

Larutan bekas penetapan pH dapat digunakan untuk penetapan  $\text{HCO}_3$  dan  $\text{CO}_3$ .

## **DAFTAR ACUAN**

American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. In Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.

Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project.

Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.

Sudjadi M, dan I M. Widjik S. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor

SNI 6989.11:2019. Cara Uji Derajat Keasaman (pH) dengan menggunakan pH meter

## 5. Penetapan Ca, Mg, K dan Na Metode SSA

### Dasar Penetapan

Unsur-unsur Ca, Mg, K, dan Na dalam filtrat air dapat diukur dengan SSA. Ca dan Mg diukur dengan metode absorpsi, sedangkan K dan Na dengan metode emisi.

### 5.2 Alat-alat

- SSA
- Pengocok tabung
- Labu ukur 1 l
- Labu ukur 100 ml
- Tabung kimia
- Pipet ukur 10 ml
- Pipet isi 5, 10, 20, dan 25 ml
- Dispenser 1 ml

### 5.3 Pereaksi

- Standar pokok 1.000 ppm K, 1.000 ppm Na, 1.000 ppm Ca, dan 1.000 ppm Mg. Pindahkan secara kuantitatif masing-masing larutan standar induk K, Na, Ca, dan Mg Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar campuran 50 ppm K, 50 ppm Na, 200 ppm Ca, dan 10 ppm Mg (Standar campuran 1).  
Pipet 5 ml standar pokok 1.000 ppm K, 5 ml standar pokok 1.000 ppm Na, 20 ml standar pokok 1.000 ppm Ca, dan 1 ml standar pokok 1.000 ppm Mg ke dalam labu ukur 100 ml dan diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar campuran 5 ppm K, 5 ppm Na, 20 ppm Ca, dan 1 ppm Mg (Standar campuran 2).  
Pipet 10 ml larutan standar campuran 1 ke dalam labu ukur 100 ml dan diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Deret standar campuran 0-5 ppm K, 0-5 ppm Na, 0-20 ppm Ca, dan 0-1 ppm Mg.  
Pipet larutan standar campuran 2 masing-masing 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10 ml ke dalam tabung kimia, tambahkan air bebas ion hingga setiap tabung berisi 10 ml larutan dan dikocok.

Deret standar campuran akan mengandung:

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	0,5	1	2	3	4	5	ppm K
0	0,5	1	2	3	4	5	ppm Na
0	2	4	8	12	16	20	ppm Ca
0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	ppm Mg

- Larutan Lanthan 2,5%  
Timbang 668,467 g  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , ditambahkan 10 ml HCl 25% dan dilarutkan dengan air bebas ion, kemudian diimpitkan tepat 1 l.

#### 5.4 Cara kerja

Pipet 10 ml contoh air ke dalam tabung kimia. Tambahkan 1 ml larutan 25000 ppm La ke dalam setiap tabung contoh dan deret standar campuran dan dikocok. Ukur Ca, Mg, K, dan Na dalam contoh dengan SSA, menggunakan deret standar sebagai pembanding. Ca dan Mg dengan metode absorpsi, K dan Na dengan metode emisi.

#### 5.5 Perhitungan

Kadar kation m.e.  $\text{l}^{-1} = \text{ppm kurva/bst kation} \times \text{fp}$

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.  
fp = faktor pengenceran (kalau ada)  
bst kation = bobot setara kation (K = 39, Na = 23, Ca = 40/2, Mg = 24.3/2)

### DAFTAR ACUAN

- American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. In Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.
- Sudjadi M, dan I M. Widjik S. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor
- SNI 6989.69:2009 Tentang butir 3.5.1. Cara Uji Kalium (K) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala
- SNI 06-6989.56-2005 Tentang butir 3.5.1. Cara Uji Kadar Kalsium (Ca) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)
- SNI 06-6989.55-2005 Tentang butir 3.5.1. Cara Uji Kadar Magnesium (Mg) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

## 6. Penetapan Fe, Mn, Al, Cu dan Zn Metode SSA

### 6.1 Dasar penetapan

Unsur hara Fe, Mn, Al, Cu, dan Zn dalam filtrat air dapat diukur langsung dengan SSA.

## 6.2 Alat-alat

- Spektrometer serapan atom (SSA)
- Pengocok tabung
- Labu ukur 1 l
- Labu ukur 100 ml
- Tabung kimia
- Pipet ukur 10 ml
- Pipet isi 5 dan 10 ml

## 6.3 Perekasi

- Standar pokok 1.000 ppm Fe, 1.000 ppm Mn, 1.000 ppm Al, 1.000 ppm Cu, dan 1.000 ppm Zn  
Pindahkan secara kuantitatif masing-masing larutan standar induk Fe, Mn, Cu, dan Zn Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar campuran 100 ppm Fe, 100 ppm Mn, 50 ppm Cu, dan 25 ppm Zn (Standar campuran 1)  
Pipet 10 ml standar pokok 1.000 ppm Fe, 10 ml standar pokok 1.000 ppm Mn, 5 ml standar pokok 1.000 ppm Cu, dan 2,5 ml standar pokok 1.000 ppm Zn ke dalam labu ukur 100 ml dan diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar campuran 10 ppm Fe, 10 ppm Mn, 5 ppm Cu, 2,5 ppm Zn, dan 50 ppm Al (Standar campuran 2)  
Pipet 10 ml larutan standar campuran 1 dan 5 ml larutan standar pokok 1.000 ppm Al ke dalam labu ukur 100 ml dan diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Deret standar campuran 0-10 ppm Fe, 0-10 ppm Mn, 0-5 ppm Cu, 0-2,5 ppm Zn dan 0-50 ppm Al  
Pipet larutan standar campuran 2 masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10 ml ke dalam tabung kimia, tambahkan air bebas ion hingga setiap tabung berisi 10 ml larutan dan dikocok.

Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	1	2	4	6	8	10	ppm Fe
0	1	2	4	6	8	10	ppm Mn
0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	ppm Cu
0	0,25	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	ppm Zn
0	5	10	20	30	40	50	ppm Al

## 6.4 Cara kerja

Tuangkan sekitar 10 ml contoh jernih ke dalam tabung kimia. Ukur Fe, Al, Mn, Cu, dan Zn dengan SSA dengan menggunakan deret standar masing-masing sebagai pembanding.

Perhitungan

$$\text{Kadar kation m.e. l}^{-1} = \text{ppm kurva/bst kation} \times \text{fp}$$

Keterangan

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.

fp = faktor pengenceran (kalau ada)

bst = bobot setara (Fe= 55,85/3, Mn= 54,9/2, Cu= 63,55, Zn= 65.38, Al= 26.98/3)

## DAFTAR ACUAN

- American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. In Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.
- Sudjadi M, dan I M. Widjik S. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor
- SNI 6989.84:2019 butir 4.5.1. Cara Uji Kadar Logam Terlarut dan Logam Total secara Spektrometri Serapan Atom (SSA)
- SNI 6989.34:2009 butir 3.5.1. Cara Uji Kadar Logam Terlarut dan Logam Total secara Spektrometri Serapan Atom (SSA)

## 7. Penetapan Amonium Metode Biru Indofenol

### 7.1 Dasar penetapan

Amonium dalam filtrat air dapat diukur langsung secara kolorimetri dengan metode Biru Indofenol.

### 7.2 Alat-alat

- Spektrofotometer Visibel
- Pipet ukur 10 ml
- Pipet isi 10 dan 25 ml
- Tabung kimia

### 7.3 Perekasi

- Larutan sangga Sitrat  
Ditimbang 32 g serbuk NaOH p.a. masukkan ke dalam labu ukur 1 l, dilarutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion. Setelah dingin tambahkan 40 gram tri-natrium sitrat dan 0,3 g Na-nitroprusida aduk hingga larut, tambahkan 2 ml larutan Brij-35 30% dan air bebas ion hingga tanda garis.

- Larutan Na-fenat pekat  
Timbang 56,3 g serbuk NaOH p.a. dan dilarutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion secara perlahan sambil diaduk. Setelah dingin ditambahkan 137 g serbuk fenol, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga 1 l, kocok. Simpan dalam botol berwarna gelap dan encerkan setelah disimpan minimal 2 hari.
- Larutan Na-fenat  
Tambahkan 250 ml larutan Na-fenat pekat ke dalam 250 ml air bebas ion. Simpan dalam botol berwarna gelap, aduk dan siap digunakan.
- Natrium hipoklorit (NaOCl) 5%  
Encerkan 2x larutan natrium hipoklorit 10%
- Larutan standar induk 1.000 ppm N  
Timbang 4,7193 g  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  (yang telah dikeringkan pada  $100^\circ\text{C}$  selama 4 jam) ke dalam labu ukur 1 l, dilarutkan dengan  $\text{H}_2\text{O}$  sampai tanda garis, kocok.
- Standar 200 ppm N  
Pipet 20 ml larutan standar induk 1.000 ppm N ke dalam labu ukur 100 ml, lalu tambahkan  $\text{H}_2\text{O}$  hingga 100 ml dan kocok.
- Standar 10 ppm N  
Pipet 5 ml larutan standar 200 ppm N ke dalam labu ukur 100 ml, lalu tambahkan  $\text{H}_2\text{O}$  hingga 100 ml dan kocok.
- Deret standar N (0-10 ppm N)  
Pipet masing-masing 0, 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ml standar 10 ppm N ke dalam tabung reaksi. Tambahkan  $\text{H}_2\text{O}$  ke dalam setiap tabung hingga volume 10 ml, lalu kocok. Deret standar ini memiliki kepekatan 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10 ppm N.

#### 7.4 Cara kerja

Pipet ke dalam tabung reaksi masing-masing 2 ml contoh air dan deret standar. Tambahkan berturut-turut larutan Sangga Sitrat dan Na-fenat masing-masing sebanyak 4 ml, kocok dan biarkan 10 menit. Tambahkan 4 ml NaOCl 5%, kocok dan diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 636 nm setelah 30 menit sejak pemberian pereaksi ini.

#### 7.5 Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar NH}_4 \text{ (m.e./l)} &= \text{ppm kurva/bst N x fp} \\ &= \text{ppm kurva/14 x fp} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

## DAFTAR ACUAN

- American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. *In* Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.
- Sudjadi M, dan I M. Widjik S. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor
- SNI 06-6989.30-2005. Cara Uji Kadar Amonia dengan Spektrofotometer secara Fenat

### 8. Penetapan Fosfat Metode Biru Molibdat

#### 8.1 Dasar penetapan

Fosfat dalam filtrat air dapat diukur langsung secara kolorimetri dengan spektrofotometer.

#### 8.2. Alat-alat

- Spektrofotometer
- Pipet otomatis 0,5 ml
- Pipet ukur 5 ml
- Pipet isi 5 ml
- Tabung kimia

#### 8.3. Pereaksi

- Pereaksi P pekat  
Larutkan 12 g amonium molibdat,  $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dalam 100 ml air. Tambahkan 140 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan 0,277 g kalium antimonil tartrat,  $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$ . Tambahkan  $\text{H}_2\text{O}$  hingga 1 l, kocok.
- Pereaksi pewarna P pekat  
Campurkan 0,53 g asam askorbat dan 50 ml pereaksi P pekat, kocok. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- Standar pokok 1.000 ppm  $\text{PO}_4$  (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk  $\text{PO}_4$  Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan air bebas P/bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar 50 ppm  $\text{PO}_4$   
Pipet 5 ml standar pokok 1.000 ppm  $\text{PO}_4$  ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga tanda garis, kocok.



- Standar 2,5 ppm PO<sub>4</sub>  
Pipet 5 ml standar 50 ppm PO<sub>4</sub> ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga tanda garis, kocok.
- Deret standar PO<sub>4</sub> ( 0-2,5 ppm)  
Pipet berturut turut 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 ml standar 2,5 ppm PO<sub>4</sub> ke dalam tabung reaksi. Tambahkan air bebas ion sehingga volume masing-masing menjadi 5 ml, kocok. Kepekatan deret standar yang dihasilkan adalah: 0; 0,25; 0,50; 1,00; 1,50; 2,00; dan 2,50 ppm PO<sub>4</sub>

#### 8.4. Cara kerja

Pipet 5,0 ml contoh ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 0,5 ml pereaksi P pekat ke dalam contoh dan deret standar, kocok dan biarkan selama minimal 15 menit. Ukur PO<sub>4</sub> dalam larutan dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm. Mula-mula ukur deret standar kemudian contoh.

#### Perhitungan

Kadar fosfat m.e. l<sup>-1</sup> = ppm kurva/bst kation x fp

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.  
fp = faktor pengenceran  
bst PO<sub>4</sub> = 95/31

#### DAFTAR ACUAN

- American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. In Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.
- Sudjadi M, dan I M. Widjik S. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor
- Watanabe, F.S. and R. Olsen. 1965. Test of an Ascorbic Acid Methods for Determination of Phosphorus in Water and NaHCO<sub>3</sub> Extracts from Soil. Soil Sci.Am.Proc.29 : 677 - 678.
- SNI 06-6989.31-2005. Cara Uji Kadar Fosfat dengan Spektrofotometer secara Asam Askorbat

### 9. Penetapan Karbonat dan Bikarbonat Metode Asidimetri

#### 9.1 Dasar penetapan

Karbonat dan bikarbonat dalam filtrat air dapat diukur langsung dengan cara titrasi menggunakan asam.

## 9.2 Alat-alat

- Piala gelas 100 ml
- pH meter
- Pengaduk magnit
- Buret otomatis

## 9.3 Pereaksi

- Standar asam khlorida 1 N  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk HCl Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Asam klorida 0,020 N  
Pipet 20 ml HCl 1 M ke dalam labu ukur 1.000 ml. Encerkan dengan air bebas ion dan impitkan sampai tanda garis, kocok hingga homogen.

## 9.4 Cara kerja

Pipet 50,0 ml contoh filtrat air ke dalam piala gelas. Masukkan elektrode pH-meter yang telah dikalibrasi dengan larutan penyangga pH 7,00 dan pH 4,01 hingga terendam larutan contoh. Dititar dengan HCl 0,020 N perlahan-lahan sambil diaduk dengan pengaduk magnit (hati-hati agar jangan menyentuh ujung elektrode). Perhatikan pembacaan pH-meter untuk menentukan titik akhir penitaran. Penitaran dilakukan sampai tepat pH 8,4, ml titran dicatat (a ml). Kemudian penitaran dilanjutkan sampai tepat pH 4,4, penggunaan seluruh titran dicatat (b ml).

Catatan : Jika pH contoh  $\leq 8,4$ , maka (a.ml) = 0 ml

Jika pH contoh  $\leq 4,4$ , maka (a.ml) dan (b.ml) = 0 ml

## 9.5 Perhitungan

$$\begin{aligned}\text{CO}_3 \text{ (m.e/l)} &= 1.000 \text{ ml/ml contoh} \times 2a \times N \text{ HCl} \\ &= 1.000/50 \times 2a \times N \text{ HCl} \\ &= 20 \times 2a \times N \text{ HCl} \\ \text{HCO}_3 \text{ (m.e./)} &= 1.000/50 \times (b-2a) \times N \text{ HCl} \\ &= 20 \times (b-2a) \times N \text{ HCl}\end{aligned}$$

Keterangan:

$$\begin{aligned}1.000 &= \text{faktor dari ml ke l} \\ a &= \text{ml titran hingga pH 8,4} \\ b &= \text{ml titran hingga pH 4,4} \\ N \text{ HCl} &= \text{normalitas HCl (0,020 N)}\end{aligned}$$

## DAFTAR ACUAN

American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. In Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.

- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian soil and land survey handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.
- Sudjadi M, dan I M. Widjik S. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.

## **10. Penetapan Klorida Metode Argentometri**

### **10.1 Dasar penetapan**

Klorida dalam filtrat air dapat ditetapkan langsung dengan cara argentometri.

### **10.2 Alat-alat**

- Buret dengan ketelitian 0,001 ml
- Erlenmeyer 100 ml
- Pipet 10 ml

### **10.3 Pereaksi**

- AgNO<sub>3</sub> 0,10 N  
Gunakan standar induk AgNO<sub>3</sub> Titrisol, atau ditimbang 16,98 g AgNO<sub>3</sub> p.a. larutkan dengan air bebas ion dalam labu ukur 1 l.
- AgNO<sub>3</sub> 0,01 N  
Pipet 10 ml AgNO<sub>3</sub> 0,1 N dilarutkan dengan air bebas ion dalam labu ukur 100 ml
- Indikator kalium kromat 5%  
Timbang 5 g kalium kromat ke dalam labu ukur 100 ml + 2 ml AgNO<sub>3</sub> 0,1 N, larutkan dengan air bebas ion sampai tanda garis, kocok lalu diamkan semalam. Saring simpan di wadah berwarna gelap.

### **10.4 Cara kerja**

Pipet 10,0 ml contoh dan tambahkan larutan penunjuk kalium kromat 5% sebanyak lebih kurang 4 tetes, kemudian titar dengan AgNO<sub>3</sub> 0,010 N sampai warna larutan berubah merah. Catat volume (ml) larutan penitar yang diperlukan. Kerjakan blanko dengan memipet 10 ml air bebas ion.

### **10.5 Perhitungan**

Kadar klorida dalam air m.e l<sup>-1</sup>

$$\begin{aligned}
 &= (\text{ml contoh} - \text{ml blk}) \times N \times 1.000 \text{ ml/ml contoh} \\
 &= (\text{ml contoh} - \text{ml blk}) \times N \times 1.000/10 \\
 &= (\text{ml contoh} - \text{ml blk}) \times N \times 100
 \end{aligned}$$

Keterangan:

ml	=	volume titran (ml) yang diperlukan untuk pemitaran
1.000	=	faktor dari ml ke l
10	=	volume contoh
N	=	normalitas AgNO <sub>3</sub> (0,010 N)

## DAFTAR ACUAN

- American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. In Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.
- Sudjadi M, dan I M. Widjik S. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor
- SNI 6989.19:2009. Cara Uji Klorida (Cl) dengan Metode Argentometri

### 11. Penetapan Sulfat Metode Turbidimetri

#### 11.1 Dasar penetapan

Sulfat dalam filtrat air dapat diukur langsung secara turbidimetri.

#### 11.2 Alat-alat

- Spektrofotometer
- Tabung kimia
- Pipet otomatis 1 ml
- Pipet isi 5 ml
- Pipet ukur 5 ml

#### 11.3. Pereaksi

- Standar pokok S 1.000 ppm  
Gunakan standar  $\text{SO}_4$  Titrisol atau timbang 5,4349 g  $\text{K}_2\text{SO}_4$  p.a. (telah dikeringkan  $105^\circ\text{C}$  selama 4 jam) ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dan impitkan dengan  $\text{H}_2\text{O}$  hingga 1 l.
- Standar  $\text{SO}_4$  100 ppm  
Pipet 10 ml standar  $\text{SO}_4$  1.000 ppm ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga tanda tera 100 ml dan kocok hingga homogen.
- Standar  $\text{SO}_4$  10 ppm  
Pipet 10 ml standar  $\text{SO}_4$  100 ppm ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga tanda tera 100 ml dan kocok hingga homogen.
- Deret standar  $\text{SO}_4$  (0-10 ppm)  
Pipet standar  $\text{SO}_4$  10 ppm sebanyak 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, dan 5 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 5 ml dengan air bebas ion. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0, 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm  $\text{SO}_4$ .
- Larutan  $\text{BaCl}_2$ -Tween  
Timbang 6 g serbuk  $\text{BaCl}_2$  p.a. ke dalam botol kocok 250 ml, ditambahkan 4 ml Tween 80 dan botol digoyangkan agar campuran merata. Campuran dibiarkan semalam, selanjutnya ditambah 100 ml air bebas ion dan dikocok selama 2 jam hingga serbuk  $\text{BaCl}_2$  terlarut sempurna. Larutan dibiarkan semalam sebelum digunakan.

- Larutan asam campur  
Ke dalam labu ukur 1 l yang berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, ditambahkan secara perlahan berturut-turut 250 ml CH<sub>3</sub>COOH glasial (100%) p.a., 100 ml HCl pekat (37%) p.a., dan 100 ml H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> pekat (70%) p.a., kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 l.

#### 11.4 Cara kerja

Pipet 5,0 ml masing-masing contoh air dan deret standar ke dalam tabung kimia. Tambahkan 1 ml pereaksi asam campur dan kocok. Tambah 1 ml larutan BaCl<sub>2</sub>-Tween, kocok dan biarkan 15 menit. Contoh diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 494 nm menggunakan deret standar sebagai pembanding. Setiap larutan dalam tabung diaduk perlahan sebelum diukur.

#### Perhitungan

$$\text{Kadar sulfat (SO}_4\text{) m.e. l}^{-1} = \text{ppm kurva/bst} \times \text{fp}$$

Keterangan:

- ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.  
fp = faktor pengenceran (kalau ada)  
bst = bobot setara SO<sub>4</sub> (96/2)

#### DAFTAR ACUAN

- American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. In Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.
- Sudjadi M, dan Widjik I. M, 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.
- SNI 6989.20:2019. Cara Uji Sulfat, SO<sub>4</sub> secara Turbidimetri

### 12. Penetapan Nitrat Metode Brusin

#### 12.1. Dasar penetapan

Nitrat dalam filtrat air dapat diukur secara spektrofotometri dengan pereaksi pewarna brusin.

#### 12.2. Alat-alat

- Spektrofotometer
- Tabung kimia
- Pipet isi 5 ml dan 10 ml
- Pipet ukur 5 ml

### 12.3. Pereaksi

- Larutan sangga  $\text{NH}_4\text{OAc}$  1 M, pH 4,8  
Timbang 77 g serbuk  $\text{NH}_4$ -asetat p.a. masukan ke dalam labu ukur 1 l. Tambahkan air hingga sekitar 900 ml, tambahkan asam asetat glasial p.a. dan kocok hingga pH 4,8. Impitkan dengan air bebas ion.
- Larutan Brusin 2 %  
Timbang 2 g Brucin masukan ke dalam labu ukur 100 ml dan tambahkan larutan sangga  $\text{NH}_4$ -asetat 1 M pH 4,8 hingga tanda tera, kocok.
- Asam sulfat pekat p.a.
- Standar Pokok 1.000 ppm N- $\text{NO}_3$   
Larutkan 7,218 g serbuk  $\text{KNO}_3$  p.a (kering 105°C) ke dalam labu 1 l. Larutkan dengan air bebas ion sampai tanda tera.
- Standar 100 ppm N- $\text{NO}_3$   
Pipet 10 ml larutan standar 1.000 ppm N- $\text{NO}_3$  ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar 5 ppm N- $\text{NO}_3$   
Pipet 5 ml larutan standar 100 ppm N- $\text{NO}_3$  ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Deret standar 0-5 ppm N- $\text{NO}_3$   
Pipet standar 5 ppm N- $\text{NO}_3$  sebanyak 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 5 ml dengan air bebas ion. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm N.

### 12.4. Cara kerja

Pipet 5,0 ml contoh air ke dalam tabung kimia. Kemudian larutan deret standar dan contoh, sambil dikocok ditambahkan 0,5 ml larutan brusin 2% dan 5 ml larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, biarkan selama setengah jam kemudian ukur intensitas warna kuning dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 432 nm.

### 12.5. Perhitungan

$$\text{Kadar NO}_3 \text{ m.e. l}^{-1} = \text{ppm kurva/bst} \times \text{fp}$$

Keterangan:

- ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.  
fp = faktor pengenceran (kalau ada)  
bst = bobot setara N (14)

### DAFTAR ACUAN

American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. In Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.

- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.
- Sudjadi M, dan Widjik I. M, 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor

### 13. Penetapan Nitrat Metode UV

#### 13.1. Dasar penetapan

Nitrat dalam filtrat air dapat diukur langsung dengan cara spektrofotometri pada panjang gelombang ultra violet (UV).

#### 13.2. Alat-alat

- Spektrofotometer
- Tabung kimia
- Pipet isi 5 ml dan 10 ml
- Pipet ukur 5 ml

#### 13.3. Pereaksi

- Standar 100 ppm N-NO<sub>3</sub>  
Pipet 10 ml larutan standar 1.000 ppm N-NO<sub>3</sub> ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar 10 ppm N-NO<sub>3</sub>  
Pipet 10 ml larutan standar 100 ppm N-NO<sub>3</sub> ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar 1 ppm N-NO<sub>3</sub>  
Pipet 10 ml larutan standar 10 ppm N-NO<sub>3</sub> ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Deret standar 0-1 ppm N-NO<sub>3</sub>  
Pipet standar 1 ppm N-NO<sub>3</sub> sebanyak 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 5 ml dengan air bebas ion. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1 ppm N-NO<sub>3</sub>

#### 13.4. Cara kerja

Masukan contoh air ke dalam tabung kimia, kemudian ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 205 nm dan 275 nm.

#### 13.5. Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Pembacaan} &= \text{absorbansi pada 205 nm} - \text{absorbansi pada 275 nm.} \\ \text{Kadar NO}_3 \text{ (m.e./l)} &= \text{ppm kurva/bst} \times \text{fp} \end{aligned}$$

Keterangan:

- ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.  
fp = faktor pengenceran (kalau ada)  
bst = bobot setara N (62,2)

## DAFTAR ACUAN

American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. *In* Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (*eds.*). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.

### 14. Penetapan Boron Metode Azometin

#### 14.1. Dasar penetapan

Boron dalam fitrat air dapat diukur langsung dengan cara spektrofotometri menggunakan pereaksi azomethine.

#### 14.2. Alat-alat

- Spektrofotometer
- Tabung kimia
- Pipet isi 2 ml dan 10 ml
- Pipet ukur 5 ml
- Pipet otomatis 1 ml

#### 14.3. Pereaksi

- Larutan standar 100 ppm B  
Timbang 0,2859 g serbuk  $H_3BO_3$  kering ke dalam labu ukur 500 ml dan dilarutkan dengan air bebas ion hingga tepat 500 ml.
- Larutan standar 2 ppm B  
Pipet 2 ml larutan standar 100 ppm B ke dalam labu ukur 100 ml. Encerkan dengan larutan standar 0 hingga 100 ml.
- Deret standar B  
Pipet berturut turut 0; 1; 2; 3; dan 4 ml standar 2 ppm B ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 sehingga volume masing-masing menjadi 4 ml.
- Larutan sangga  
Larutkan 100 g  $NH_4$ -Asetat, 10 g EDTA-4Na (Titrplex II) dan 4 g nitrilotriaceticacid (Titrplex I) dengan 160 ml air bebas ion di dalam botol plastik. Tambahkan perlahan 50 ml asam asetat glasial dan diaduk hingga homogen.
- Azomethine-H  
Larutkan 1 g azomethine-H dan 2 g asam askorbat dengan 100 ml air bebas ion di dalam erlenmeyer plastik. Erlenmeyer direndam dalam air panas hingga larutan menjadi jernih. Simpan pereaksi ini dalam botol plastik berwarna gelap. (Pembuatan reagen Azomethine volumenya disesuaikan dengan kebutuhan)



#### 14.4. Cara kerja

Pipet masing-masing 4 ml ekstrak contoh dan deret standar boron ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 1 ml larutan sangga dan kocok. Kemudian tambahkan 1 ml Azomethine-H, kocok dan biarkan 1 jam. Boron dalam larutan diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 430 nm dengan deret standar B sebagai pembanding.

#### 14.5. Perhitungan

$$\text{Kadar B mg l}^{-1} = \text{ppm kurva} \times \text{fp}$$

Keterangan:

- ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.  
fp = faktor pengenceran (kalau ada)

### DAFTAR ACUAN

- American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. *In* Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.
- Sudjadi M, dan Widjik I. M, 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor

### 15. Penetapan Logam Berat Metode SSA

#### 15.1. Dasar penetapan

Unsur logam berat total dalam filtrat air dapat diukur langsung menggunakan SSA.

#### 15.2. Alat-alat

- Pipet ukur 10 ml
- Pipet volume 2 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml, dan 30 ml
- Pengocok tabung
- Labu ukur 500 ml dan 1.000 ml
- Tabung reaksi
- SSA

### 15.3. Pereaksi

- Standar pokok 1.000 ppm Pb (Titrisol)
  - Standar pokok 1.000 ppm Cd (Titrisol)
  - Standar pokok 1.000 ppm Co (Titrisol)
  - Standar pokok 1.000 ppm Cr (Titrisol)
  - Standar pokok 1.000 ppm Ni (Titrisol)
  - Standar pokok 1.000 ppm Mo (Titrisol)
  - Standar pokok 1.000 ppm Ag (Titrisol)
  - Standar pokok 1.000 ppm As (Titrisol)
  - Standar pokok 1.000 ppm Se (Titrisol)
  - Standar pokok 1.000 ppm Sn (Titrisol)
- (Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk logam berat Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok).

#### *Sistem Nyala*

- Standar Campuran 1 (ppm): (20 ppm Pb, 2 ppm Cd, 5 ppm Co, 10 ppm Ni, 20 ppm Cr)  
Pipet 20 ml standar pokok Pb, 2 ml standar pokok Cd, 5 ml standar pokok Co, 20 ml standar pokok Cr dan 10 ml standar pokok Ni ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga 1.000 ml lalu dikocok.
- Standar Campuran 2 (ppm): (20 ppm Mo, 20 ppm As, 10 ppm Se)  
Pipet 20 ml standar pokok Mo, 20 ml standar pokok As dan 10 ml standar pokok Se ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga 1.000 ml lalu dikocok.
- Deret standar campuran (ppm):  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml larutan standar campuran ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2 dan 0 ml air bebas ion, kocok. Deret Standar Campuran 1 akan memiliki konsentrasi: 0-20 ppm Pb, 0-2 ppm Cd, 0-5 ppm Co, 0-10 ppm Ni dan 0-20 ppm Cr. Deret Standar Campuran 2 akan memiliki konsentrasi: 0-20 ppm Mo, 0-20 ppm As, dan 0-10 ppm Se.
- Standar 5 ppm Ag:  
Pipet 2.5 ml standar pokok Ag ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga 500 ml.
- Deret standar 0-5 ppm Ag:  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 5 ppm Ag ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2; dan 0 ml air bebas ion, kocok
- Standar 50 ppm Sn  
Pipet 25 ml standar pokok Sn ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 500 ml.

- Deret standar 0-50 ppm Sn:  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 50 ppm Sn ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2 dan 0 ml air bebas ion, kocok.

*Sistem Tanur Grafit*

- Standar Campuran 1 (ppb): (200 ppb Pb, 20 ppb Cd, 50 ppb Co, 100 ppb Ni, 200 ppb Cr)  
Pipet 10 ml Standar Campuran 1 (ppm) ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga tanda garis 1.000 ml lalu dikocok.
- Standar Campuran 2 (ppb): (100 ppb Mo, 100 ppb As, 50 ppb Se)  
Pipet 5 ml Standar Campuran 2 (ppm) ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml lalu dikocok.
- Standar 100 ppb Ag:  
Pipet 20 ml Standar 5 ppm Ag ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan air bebas ion hingga 1.000 ml lalu dikocok.
- Standar 200 ppb Sn  
Dibuat Standar 5 ppm Sn dengan cara memipet 10 ml Standar 50 ppm Sn ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 100 ml lalu dikocok. Selanjutnya, pipet 20 ml Standar 5 ppm Sn ini ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian diencerkan dengan larutan air bebas ion hingga 500 ml lalu dikocok.
- Deret standar logam berat (ppb):  
Pipet 0; 2,5; 5 dan 10 ml masing-masing standar ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 7,5; 5 dan 0 ml standar 0, kocok. Deret Standar Campuran 1 akan memiliki konsentrasi: 0-200 ppb Pb, 0-20 ppb Cd, 0-50 ppb Co, 0-100 ppb Ni dan 0-200 ppb Cr. Deret Standar Campuran 2 akan memiliki konsentrasi: 0-100 ppb Mo, 0-100 ppm As, dan 0-50 ppm Se. Deret standar 0-100 ppb Ag dan 0-200 ppb Sn.

#### 15.4. Cara kerja

Filtrat air ekstrak jernih diukur langsung dengan alat SSA. Ekstrak jernih digunakan untuk pengukuran logam berat Pb, Cd, Co, Cr, Ni, As, Sn, Ag, Se, Mo menggunakan SSA metode Nyala untuk tingkat konsentrasi ppm dan SSA metode Tanur Grafit untuk tingkat konsentrasi ppb dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding.

#### 15.5 Perhitungan

a. Kadar logam berat (ppm) = ppm kurva x fp

b. Kadar logam berat (ppb) = ppb kurva x fp

Keterangan:

ppm/ppb kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

## DAFTAR ACUAN

- American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. *In* Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian soil and land survey handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.
- SNI 6989.84:2019 butir 4.5.1. Cara Uji Kadar Logam Terlarut dan Logam Total secara Spektrometri Serapan Atom (SSA) – nyala
- SNI 06-6989.68-2009 butir 3.5.1. Cara Uji Kobal (Co) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) - nyala

### 16. Penetapan Raksa dengan SSA cara Uap Dingin

#### 16.1. Dasar penetapan

Metode SSA nyala yang biasa tidak cukup peka dalam mengukur Raksa (Hg). Metode SSA Uap dingin dapat mengukur Hg hingga level ppb (*part per billion*= $10^{-9}$ ). Hg dalam filtrat direduksi dengan  $\text{SnCl}_2$  dalam suasana asam yang langsung membentuk uap atom Hg, sehingga tidak perlu nyala (teknik uap dingin). Uap Hg dibawa oleh aliran gas inert (nitrogen atau argon) ke dalam sel kuarsa. Sinar dari lampu katode Hg yang melewati sel diabsorpsi oleh uap atom Hg dan diukur dengan SSA.

#### 16.2. Alat alat

- Vortex mixer
- Spektrometer serapan atom (SSA)
- Generator uap raksa
- Tabung reaksi 20 ml
- Labu ukur 1 l
- Erlenmeyer 100 ml
- Pipet 1-10 ml

#### 16.3. Pereaksi

- $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat (95-97%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi ( $\text{DHL} < 1 \text{ S/cm}$ )
- Standar pokok 1.000 ppm Hg (Titrisol)
- Standar 100 ppm Hg:  
Pipet 10 ml standar pokok Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tanda garis.
- Standar 10 ppm Hg:  
Pipet 10 ml standar 100 ppm Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tanda garis.

- Standar 1000 ppb Hg:  
Pipet 10 ml standar 10 ppm Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tanda garis.
- Deret standar Hg: 0; 25; 50; dan 100 ppb Hg  
Pipet masing-masing 0; 2,5; 5 dan 10 ml standar 1000 ppb Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tanda garis. Larutan standar harus selalu segar.
- Larutan SnCl<sub>2</sub> 0,1% dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N  
Sebanyak 1 g SnCl<sub>2</sub> dilarutkan dengan H<sub>2</sub>O hingga sekitar 500 ml di dalam labu ukur 1 l. Ditambahkan perlahan 27 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p) sambil labu digoyangkan dan dijadikan 1 l dengan H<sub>2</sub>O,
- Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 N  
Sebanyak 13 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p) dimasukkan perlahan ke dalam labu ukur 1 l yang berisi sekitar 500 ml H<sub>2</sub>O, dijadikan 1 l dengan H<sub>2</sub>O dan kocok hingga homogen.

#### 16.4. Cara kerja

Ekstrak jernih contoh air diukur dengan SSA yang dilengkapi generator uap pada 253,7 nm dengan deret standar Hg sebagai pembanding. Gas pembawa dialirkan, pereaksi SnCl<sub>2</sub>, larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

#### 16.5. Perhitungan

Kadar Hg (ppb) = ppb kurva x fp

Keterangan:

ppb kurva = Kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

### DAFTAR ACUAN

American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. *In* Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.

Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.

SNI 6989-78:2019. Cara Uji Air Raksa atau Merkuri (Hg) secara Spektrometri Serapan Atom (SSA) - Uap Dingin. Butir 4.6.2.1),3)

## 17. Penetapan As, Se, Sn, Sb, dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida

### 17.1. Dasar penetapan

Metode hidrida meningkatkan kepekaan teknik spektrometer serapan atom untuk logam-logam yang membentuk hidrida (As, Sb, Se, Sn dan Bi). Metode hidrida

mereaksikan unsur-unsur dalam filtrat air dalam larutan asam dan natrium borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ) membentuk gas hidrida. Uap hidrida dibawa oleh aliran gas inert (nitrogen atau argon) ke dalam tabung kuarsa yang dipanaskan sehingga terjadi dekomposisi. Sinar dari lampu katode yang diabsorpsi oleh atom analit ditetapkan seperti cara SSA yang biasa.

### 17.2. Alat alat

- Vortex mixer
- Spektrometer serapan atom
- Generator hidrida
- Labu ukur 1 l
- Pipet 1-10 ml
- Tabung reaksi 30 ml

### 17.3 Pereaksi

- HCl pekat (37%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi
- Larutan natrium borohidrida,  $\text{NaBH}_4$  1%  
Larutkan 10 g  $\text{NaBH}_4$  dan 4 g  $\text{NaOH}$  dalam labu ukur 1 l dengan air bebas ion, encerkan dan impitkan hingga tanda garis. Larutan ini harus selalu segar.
- Larutan HCl 1 N  
Encerkan 100 ml HCl(pa) dalam gelas piala, tambahkan air bebas ion 1100 ml. Larutan ini harus selalu baru.
- Pereaksi natrium iodida atau kalium iodida 20%  
Larutkan 20 g  $\text{NaI}$  (KI) dalam labu ukur 100 ml dengan air bebas ion dan impitkan hingga tanda garis. Larutan harus selalu baru.
- Pereaksi ascorbic acid 10%  
Larutkan 10 ascorbic acid dalam labu ukur 100 ml dengan air bebas ion dan impitkan hingga tanda garis. Larutan harus selalu baru.
- Standar Arsen (100 ppm)  
Pipet 10 ml standar pokok As ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar Arsen (10 ppm)  
Pipet 10 ml standar As 100 ppm ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar Arsen (1 ppm)  
Pipet 10 ml standar As 10 ppm ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar pokok 1.000 ppm As, Sb, Se, Sn dan Bi (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar logam berat Titrisol di dalam ampul masing-masing ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.

- Standar campuran 500 ppb As, Sb, Se, Sn dan Bi:  
Pipet 0,5 ml standard pokok As, Sb, Se, Sn dan Bi ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tanda garis.
- Deret standar campuran 0;10;20;30;40 dan 50 ppb As, Sb, Se, Sn dan Bi.  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 3; 4; dan 5 ml standar campuran 500 ppb ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tanda garis.  
Larutan deret standar harus selalu baru.

#### 17.4. Cara kerja

Ekstrak jernih contoh air digunakan untuk pengukuran logam berat As, Sb, Se, Sn dan Bi dengan SSA yang dilengkapi Generator Hidrida dengan deret standar masing-masing sebagai pembandingan.

##### ***Pengukuran unsur logam berat As, Sb, Se, Sn dan Bi***

*Preparasi Deret standar As 0 ; 1 ; 2 ; 5 ppb.*

Pipet masing-masing 0 ; 10 ; 20 ; 50  $\mu$ l larutan standar As 1 ppm ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 2 ml KI 20%, 0.4 ml ascorbic acid 10% dan 3 ml HCl (p.a). Kemudian ditambahkan air bebas ion sampai total volume 20 ml. Aduk dan biarkan selama 30 menit sebelum diukur.

*Preparasi contoh untuk pengukuran As.*

Pipet ekstrak jernih dan blanko 10 ml ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 2 ml KI 20%, 0.4 ml ascorbic acid 10% dan 3 ml HCl (p.a). Kemudian ditambahkan air bebas ion sampai total volume 20 ml. Aduk dan biarkan selama 30 menit sebelum diukur.

Gas pembawa dialirkan, pereaksi Na-borohidrida, larutan HCl 1 N, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

*Preparasi contoh untuk pengukuran Se.*

Pipet masing-masing 10 ml contoh, deret standar campuran, ekstrak jernih dan blanko ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 4 ml HCl 37%, aduk dan impitkan dengan air bebas ion hingga 20 ml dikocok sampai homogen. Gas pembawa dialirkan, pereaksi Na-borohidrida, larutan HCl 1,2 N, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing

#### 17.5. Perhitungan

Kadar logam berat (ppb) = ppb kurva x fp

Keterangan:

ppb kurva = Kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

## DAFTAR ACUAN

- American Public Health Association. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. p. 3.56 & 4.178. In Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (eds.). APHA, AWWA, WEF, Maryland, USA. 20 th edition.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. p. 330.
- SNI 6989-81:2018. Cara Uji Arsen (As) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-generator hidrida. Butir 3.4a dan 3.6.2a,c,d
- SNI 6989-83:2018. Cara Uji Selenium (Se) Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-generator hidrida. Butir 3.4a dan butir 3.6.2a,c
- SNI 6989.64:2009. Cara Uji Timah (Sn) Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) - tungku karbon. Butir 3.5.1





## V. ANALISIS PUPUK

### A. ANALISIS PUPUK ANORGANIK

#### 1. Persiapan Contoh

Persiapan contoh merupakan tahap penyediaan contoh siap timbang untuk dianalisis. Tahap pertama contoh pupuk dicatat kode atau nomor pengirim, asal contoh dan diberi nomor laboratorium. Contoh diambil kurang lebih 10 g (*representatif*) untuk dihaluskan hingga lolos 80 mesh dengan grinder atau lumpang porselin. Contoh ini yang akan digunakan untuk analisis kadar unsur-unsur yang terdapat dalam pupuk. Contoh disimpan dalam kantong plastik, diberi nomor laboratorium dan ditutup hingga kedap udara.

#### 2. Penetapan Kadar Air

##### 2.1. Metode Karl Fischer,

Untuk penetapan pupuk urea, pupuk NPK, pupuk amonium klorida, dan pupuk-pupuk yang mengandung senyawa yang tidak stabil.

##### 2.1.1. Dasar penetapan

Bila air bereaksi dengan larutan pereaksi Karl Fischer, yaitu campuran dari iod, belerang dioksida, piridin dan metanol, maka bila elektroda platina dari alat Aquatitratator terpolarisasi sedikit saja akan mendepolarisasi elektroda. Hal ini menyebabkan sejumlah besar arus akan mengalir ke mikrometer dan menunjukkan titik akhir titrasi.

##### 2.1.2. Peralatan

- Aquatitratator atau Aquameter
- Botol timbang
- Neraca analitik

##### 2.1.3. Pereaksi

- Larutan Karl Fischer, larutan tunggal yang stabil dengan titar 5 mg H<sub>2</sub>O/ml
- Metanol, dengan kadar air maks 0,1%
- Air bebas ion

##### 2.1.4. Cara kerja

Masukkan sejumlah metanol ke dalam botol reaksi aquatitratator hingga elektroda platina terendam. Titrasi dengan larutan Karl Fischer sampai titik akhir tercapai dan diperoleh metanol bebas air.

Timbang dengan teliti 2.000 – 3.000 g contoh dan masukan ke dalam botol reaksi aquatitratator dan aduk hingga semua contoh terlarut. Titrasi dengan larutan Karl Fischer hingga titik akhir tercapai dan catat volume larutan Karl Fischer yang dipakai untuk titrasi

#### **Perhitungan**

Kadar air dalam contoh dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{Kadar Air (\%)} = \{(V \times N)/(W \times 1.000)\} \times 100$$

Keterangan:

- W = berat contoh dalam gram
- N = titar pereaksi Karl Fischer
- V = ml pereaksi Karl Fischer yang dipakai

## 2.2. Metode pengeringan pada 115-120°C,

Untuk penetapan pupuk Kaptan.

### 2.2.1. Dasar penetapan

Kadar air ditentukan dengan cara penguapan pada suhu 115-120°C. Berat yang hilang merupakan jumlah air yang dikandung contoh pupuk.

### 2.2.2. Alat-alat

- Botol timbang dari gelas, bertutup
- Oven pengering dengan suhu otomatis
- Desikator
- Neraca analitik 4 desimal

### 2.2.3. Cara kerja

Timbang dengan teliti 1.000 g contoh pupuk ke dalam botol timbang kosong yang telah diketahui beratnya.

Panaskan dalam oven pengering pada suhu 115-120°C ± 1,7 selama 2 jam, dinginkan dalam desikator dan timbang. Ulangi pemanasan dan penimbangan sampai berat tetap. Berat yang hilang adalah berat air.

### 2.2.4. Perhitungan

$$\text{Kadar air (\%)} = (W - W1) \times 100/W$$

Dimana:

- W = bobot contoh asal dalam gram
- W1 = bobot contoh setelah dikeringkan dalam gram
- 100 = faktor konversi ke %

fka (faktor koreksi kadar air) = 100/(100 - % kadar air) (dihitung dari kadar air contoh pupuk **halus** dan digunakan sebagai faktor koreksi dalam perhitungan hasil analisis).

## 2.3. Metode pengeringan pada 105°C,

Untuk penetapan pupuk (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> SO<sub>4</sub>, Fosfat Alam, SP-36, DAP, MAP, Dolomit, TSP+Zn dan pupuk-pupuk yang senyawa yang stabil.

### 2.3.1. Dasar penetapan

Kadar air ditentukan dengan cara penguapan pada suhu 105°C. Berat yang hilang merupakan jumlah air yang dikandung contoh pupuk.

### 2.3.2. *Alat-alat*

- Botol timbang dari gelas, bertutup
- Oven pengering dengan suhu otomatis
- Desikator
- Neraca analitik 4 desimal

### 2.3.3. *Cara kerja*

Timbang dengan teliti 5,000 g contoh pupuk ke dalam botol timbang kosong yang telah diketahui beratnya.

Panaskan dalam oven pengering pada suhu  $105^{\circ}\text{C} \pm 1,7$  selama 3 jam, dinginkan dalam desikator dan timbang. Ulangi pemanasan dan penimbangan sampai berat tetap. Berat yang hilang adalah berat air.

### 2.3.4. *Perhitungan*

$$\text{Kadar air (\%)} = (W - W1) \times 100/W$$

Dimana:

- W = bobot contoh asal dalam gram
- W1 = bobot contoh setelah dikeringkan dalam gram
- 100 = faktor konversi ke %

fka (faktor koreksi kadar air) =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$  (dihitung dari kadar air contoh pupuk halus dan digunakan sebagai faktor koreksi dalam perhitungan hasil analisis).

## 2.4. *Metode pengeringan pada 120°C,*

Untuk penetapan pupuk Kiserit.

### 2.4.1. *Dasar penetapan*

Kadar air ditentukan dengan cara penguapan pada suhu 120°C. Berat yang hilang merupakan jumlah air yang dikandung contoh pupuk.

### 2.4.2. *Alat-alat*

- Botol timbang dari gelas, bertutup
- Oven pengering dengan suhu otomatis
- Desikator
- Neraca analitik 4 desimal

### 2.4.3. *Cara kerja*

Timbang dengan teliti 1,000 g contoh pupuk ke dalam botol timbang kosong yang telah diketahui beratnya.

Panaskan dalam oven pengering pada suhu  $120^{\circ}\text{C} \pm 1,7$  selama 2 jam, dinginkan dalam desikator dan timbang. Ulangi pemanasan dan penimbangan sampai berat tetap. Berat yang hilang adalah berat air.

### 2.4.4. *Perhitungan*

$$\text{Kadar air (\%)} = (W - W1) \times 100/W$$

Dimana:

W = bobot contoh asal dalam gram  
W1 = bobot contoh setelah dikeringkan dalam gram  
100 = faktor konversi ke %

fka (faktor koreksi kadar air) =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$  (dihitung dari kadar air contoh pupuk halus dan digunakan sebagai faktor koreksi dalam perhitungan hasil analisis).

## **2.5. Metode pengeringan pada 130°C**

Untuk penetapan pupuk KCl dan Pupuk kalium sulfat.

### **2.5.1. Dasar penetapan**

Kadar air ditentukan dengan cara penguapan pada suhu 130°C. Berat yang hilang merupakan jumlah air yang dikandung contoh pupuk.

### **2.5.2. Alat-alat**

- Botol timbang dari gelas, bertutup
- Oven pengering dengan suhu otomatis
- Desikator
- Neraca analitik 4 desimal

### **2.5.3. Cara kerja**

Timbang dengan teliti 2.000 g contoh pupuk ke dalam botol timbang kosong yang telah diketahui beratnya.

Panaskan dalam oven pengering pada suhu  $130^{\circ}\text{C} \pm 2,8$  selama 1 jam, dinginkan dalam desikator dan timbang. Ulangi pemanasan dan penimbangan sampai berat tetap. Berat yang hilang adalah berat air.

### **2.5.4. Perhitungan**

Kadar air (%) =  $(W - W1) \times 100/W$

Dimana:

W = bobot contoh asal dalam gram  
W1 = bobot contoh setelah dikeringkan dalam gram  
100 = faktor konversi ke %

fka (faktor koreksi kadar air) =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$  (dihitung dari kadar air contoh pupuk halus dan digunakan sebagai faktor koreksi dalam perhitungan hasil analisis).

## **DAFTAR ACUAN**

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 4. 2.2.01 Method 950.01. AOAC International, Maryland, USA.
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 5. 2.2.03 Method 972.01. AOAC International, Maryland, USA.

SNI 2581:2019	Pupuk Amonium Klorida
SNI 0482:2018	Kapur untuk pertanian
SNI 2809:2014	Pupuk Kalium Sulfat
SNI 2803:2012	Pupuk NPK padat
SNI 2801:2010	Pupuk Urea
SNI 02-0086-2005	Pupuk Triple Superfosfat
SNI 02-1760-2005	Pupuk Amonium Sulfat
SNI 02-3776-2005	Pupuk Fosfat Slam untuk pertanian
SNI 02-3769-2005	Pupuk SP-36
SNI 02-2858-2005	Pupuk Diamonium fosfat
SNI 02-2810-2005	Pupuk Monoamonium Fosfat
SNI 02-2811-2005	Pupuk Urea Amonium Fosfat
SNI 02-2800-2005	Pupuk Tripel Superfosfat plus-Zn
SNI 02-2804-2005	Pupuk Dolomit
SNI 02-6680-2002	Pupuk Anorganik Hara Mikro Campuran Cair
SNI 02-6681-2002	Pupuk Anorganik Hara Makro Campuran
SNI 02-2806-1992	Pupuk Kalsium Nitrat
SNI 02-2807-1992	Pupuk Kiseret
SNI 02-2808-1992	Pupuk Kalium Nitrat
SNI 02-2857-1992	Pupuk-pupuk Superfosfat Tunggal dan Rangkap, Mutu dan Cara uji

### 3. Penetapan Nitrogen

Kadar nitrogen dari pupuk NPK dibedakan menjadi 3 bentuk senyawa N yaitu: N-Urea (N-organik), N-NH<sub>4</sub> dan N-NO<sub>3</sub>. Jumlah tiga bentuk senyawa ini merupakan N-total.

#### 3.1. Penetapan N-Urea (N-organik) dan N-NH<sub>4</sub>

##### 3.1.1. Dasar penetapan

Nitrogen dalam contoh dihidrolisis dengan asam sulfat dan NH<sub>3</sub> yang terbentuk didestilasi dengan penambahan alkali (suasana basa). Destilat ditampung dalam asam borat yang telah dibubuhi indikator Conway, kemudian dititrasi dengan larutan baku asam sulfat (0,050 N).

##### 3.1.2. Alat-alat

- Neraca analitik 4 desimal
- Labu ukur/labuh Kjeldahl 100 ml
- Erlenmeyer 100 ml
- Alat destilasi
- Labu didih 250 ml

- Buret digital 3 desimal/titrator
- *Hot plate* (pemanas 0 – 350 °C)/Kjeldahltherm
- Dispenser skala 0 – 10 ml

### 3.1.3. *Pereaksi*

- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (95-97%, BJ. 1,84)
- Asam borat 1%  
Timbang 1 g asam borat larutkan 100 ml H<sub>2</sub>O.
- Asam sulfat 0,050 N (Titrisol)  
Pipet 50 ml larutan baku H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N Titrisol ke dalam labu ukur 1 l. Encerkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- NaOH 40%  
Dilarutkan 400 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.
- Indikator Conway  
Dilarutkan 0,100 g merah metil (*metil red*) dan 0,150 g hijau bromkresol (*bromcresol green*) dengan 100 ml etanol 96%.
- Batu didih  
Dibuat dari batu apung yang dihaluskan.

### 3.1.4. *Cara kerja*

Timbang teliti 0,250 g contoh yang telah dihaluskan ke dalam labu Kjeldahl atau labu ukur 100 ml. Tambahkan 2,5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat ke dalam labu dan sertakan blanko. Didihkan selama 1 jam di atas pemanas (*hot plate*). Setelah dingin encerkan dengan air bebas ion hingga tanda tera 100 ml, kocok hingga homogen.

Pipet 10 ml ekstrak ke dalam labu didih yang telah diberi sedikit serbuk batu didih dan tambahkan 100 ml air bebas ion. Siapkan penampung destilat, yaitu 10 ml larutan asam borat 1% dalam erlenmeyer yang dibubuhi 3 tetes indikator Conway (larutan berwarna merah). Destilasikan dengan menambahkan 10 ml NaOH 40%. Destilasi diakhiri apabila destilat dalam penampung sudah mencapai volume 50-75 ml (larutan berwarna hijau). Destilat dititrasi dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,050 N hingga warna merah muda. Catat volume titar contoh (V<sub>c</sub>) dan blanko (V<sub>b</sub>).

### 3.1.5 *Perhitungan*

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar N-Urea (N-organik) + N-NH}_4 \text{ (\%)} & \\
 &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100 \text{ ml}/10 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100/10 \times 100/500 \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

V <sub>c, b</sub>	=	ml titar contoh dan blanko
N	=	normalitas larutan baku H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (0,050)
14	=	bobot setara nitrogen
100	=	konversi ke %
fk	=	faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

## DAFTAR ACUAN

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 13. 2.4.03 Method 955.04. AOAC International, Maryland, USA.

SNI 2581:2019	Pupuk Amonium Klorida
SNI 2803:2012	Pupuk NPK padat
SNI 2801:2010	Pupuk Urea
SNI 02-2858-2005	Pupuk Diamonium Fosfat
SNI 02-2811-2005	Pupuk Urea Amonium Fosfat
SNI 02-2810-2005	Pupuk Monoamonium Fosfat
SNI 02-1760-2005	Pupuk Amonium Sulfat
SNI 02-6681-2002	Pupuk Anorganik Hara Makro Campuran
SNI 02-2808-1992	Pupuk Kalium Nitrat
SNI 02-2806-1992	Pupuk Kalsium Nitrat

### 3.2. Pengukuran N-NH<sub>4</sub> dan N-NO<sub>3</sub>

#### 3.2.1. Prinsip

N dalam bentuk NH<sub>4</sub> dan NO<sub>3</sub> dilarutkan dalam air, didestilasi dengan penambahan alkali. NH<sub>3</sub> yang keluar ditampung dengan asam borat dan destilat dititrasi dengan larutan asam baku H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,050 N. Sisa penetapan N-NH<sub>4</sub> yang masih mengandung NO<sub>3</sub> direduksi dengan logam Devarda menjadi NH<sub>4</sub>. Destilasi dilakukan kembali seperti pada penetapan N-NH<sub>4</sub>.

#### 3.2.2. Alat-alat

- Neraca analitik 4 desimal
- Labu takar 100 ml
- Mesin kocok dengan kecepatan 250 goyangan/ menit
- Alat destilasi
- Labu didih 250 ml
- Buret digital atau buret mikro (3 desimal)
- Pipet volume 20 ml
- Erlenmeyer 100 ml

#### 3.2.3. Pereaksi

- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (95-97 %, BJ. 1,84)
- Larutan asam borat 1%  
Timbang 1 g asam borat larutkan 100 ml H<sub>2</sub>O.
- Larutan NaOH 40%  
Larutkan 400 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.



- Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,050 N (Titrisol)  
Pipet 50 ml larutan baku H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N Titrisol ke dalam labu ukur 1 l. Encerkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Indikator Conway  
Larutkan 0,100 g merah metil (*metil red*) dan 0,150 g hijau bromkresol (*bromcresol green*) dengan 100 ml etanol 96%.
- Logam Devarda (Devarda Alloy)
- Batu didih  
Dibuat dari batu apung yang dihaluskan.

#### 3.2.4. Cara kerja

Timbang teliti 0,500 g contoh pupuk NPK yang telah dihaluskan ke dalam labu takar 100 ml. Tambah 50 ml air bebas ion, tutup rapat kemudian kocok dengan mesin kocok selama 30 menit dengan kecepatan 200 goyangan/menit. Tambahkan air bebas ion sampai tanda tera 100 ml dan kocok bolak-balik dengan tangan sampai homogen.

Pipet 10 ml ekstrak ke dalam labu didih, tambahkan sedikit serbuk batu didih dan 100 ml air bebas ion. Siapkan penampung destilat, yaitu 10 ml asam borat 1% yang telah diberi tiga tetes indikator Conway dalam erlenmeyer (larutan berwarna merah). Destilasikan ekstrak dengan menambahkan 10 ml NaOH 40% ke dalam labu didih. Destilasi selesai apabila destilat pada penampung sudah mencapai volume 50-75 ml (larutan berwarna hijau). Destilat dititrasi dengan larutan asam baku H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,050 N sampai titik akhir titrasi (V<sub>c</sub>) (perubahan warna dari hijau menjadi merah jambu muda). Kerjakan penetapan blanko (V<sub>b</sub>).

Ekstrak bekas penetapan N-NH<sub>4</sub> dalam labu didih ditambah 50 ml air bebas ion dan dibiarkan dingin (jika perlu direndam dalam air). Siapkan penampung destilat yang lain. Destilasikan dengan menambahkan 2 g Devarda alloy, akan terjadi pendidihan dengan sendirinya (timbul buih-buih). Pemanas destilator dihidupkan bila buih-buih dalam labu didih sudah habis dan pemanasan dilakukan secara bertahap, hal ini untuk menghindari pembuihan kembali yang dapat masuk ke dalam penampung destilat. Destilasi diakhiri bila volume destilat dalam penampung sudah mencapai 50-75 ml.

Destilat dititrasi dengan asam standar H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,050 N seperti penetapan N-NH<sub>4</sub>.

#### 3.2.5. Perhitungan

Kadar N-NH<sub>4</sub> (%)

$$\begin{aligned}
 &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100 \text{ ml}/10 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100/10 \times 100/500 \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Kadar N-NO<sub>3</sub> (%)

$$\begin{aligned}
 &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100 \text{ ml}/10 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100/10 \times 100/500 \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

$V_{c, b}$	=	ml titar contoh dan blanko
N	=	normalitas larutan baku $H_2SO_4$ (0,050)
14	=	bobot setara nitrogen
100	=	konversi ke %
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

### DAFTAR ACUAN

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 15. 2.4.10 Method 892.01. AOAC International, Maryland, USA.
- SNI 2581:2019 Pupuk Amonium Klorida
- SNI 2803:2012 Pupuk NPK padat
- SNI 2801:2010 Pupuk Urea
- SNI 02-2858-2005 Pupuk Diamonium Fosfat
- SNI 02-2811-2005 Pupuk Urea Amonium Fosfat
- SNI 02-2810-2005 Pupuk Monoamonium Fosfat
- SNI 02-1760-2005 Pupuk Amonium Sulfat
- SNI 02-6681-2002 Pupuk Anorganik Hara Makro Campuran
- SNI 02-2808-1992 Pupuk Kalium Nitrat
- SNI 02-2806-1992 Pupuk Kalsium Nitrat

### 3.3. Kadar nitrogen dalam urea

#### 3.3.1. Prinsip

Nitrogen dalam urea dihidrolisis dengan asam sulfat.  $NH_4$  yang terbentuk didestilasi dengan penambahan alkali (suasana basa). Destilat ditampung dalam asam borat yang telah dibubuhi indikator Conway, kemudian dititrasi dengan larutan baku asam sulfat.

#### 3.3.2. Alat-alat

- Labu ukur 100 ml
- Erlenmeyer 100 ml
- Alat destilasi
- Buret digital 3 desimal
- *Hot plate* (pemanas 0 – 350°C)
- Neraca analitik 4 desimal
- Dispenser 0 – 10 ml

#### 3.3.3. Pereaksi

- $H_2SO_4$  pekat (95-97%, BJ. 1,84)
- Larutan asam borat 1%  
Timbang 1 g asam borat larutkan 100 ml  $H_2O$ .

- Larutan NaOH 40%  
Larutkan 400 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.
- Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,050 N (Titrisol)  
Pipet 50 ml larutan baku H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N Titrisol ke dalam labu ukur 1 l. Encerkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Indikator Conway  
Dilakukan 0,100 g merah metil (*metil red*) dan 0,150 g hijau bromkresol (*bromcresol green*) dengan 100 ml etanol 96%.
- Batu didih  
Dibuat dari batu apung yang dihaluskan.

### 3.3.4. Cara kerja

Timbang teliti 0,2500 g contoh urea ke dalam labu ukur. Dengan dispenser tambahkan 2,5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat, kerjakan penetapan blanko. Didihkan campuran selama 1 jam di atas pemanas (*hot plate*). Setelah dingin encerkan dengan air bebas ion hingga tanda tera, kocok hingga homogen.

Pipet 10 ml ekstrak ke dalam labu didih yang telah diberi sedikit serbuk batu didih dan tambahkan 100 ml air bebas ion. Siapkan penampung destilat dalam erlenmeyer yang terdiri atas 10 ml larutan asam borat 1% yang telah dibubuhi tiga tetes indikator Conway.

Destilasikan dengan menambahkan 10 ml NaOH 40%. Destilasi diakhiri apabila volume destilat dalam penampung sudah mencapai 50-75 ml. Destilat dititrasi dengan larutan asam baku, yaitu H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,050 N hingga titik akhir (V<sub>c</sub>) (perubahan warna dari hijau menjadi merah jambu muda). Penetapan blanko dikerjakan (V<sub>b</sub>).

### 3.3.5. Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar N (\%)} &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100 \text{ ml}/10 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100/10 \times 100/500 \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

V <sub>c, b</sub>	=	ml titar contoh dan blanko
N	=	normalitas larutan baku H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (0,050)
14	=	bobot setara nitrogen
100	=	konversi ke %
fk	=	faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

## DAFTAR ACUAN

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 13. 2.4.03 Method 955.04. AOAC International, Maryland, USA.
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 15. 2.4.10 Method 892.01. AOAC International, Maryland, USA.
- SNI 2801:2010 Pupuk urea

## 4. Penetapan Biuret

### 4.1. Metoda AOAC

#### 4.1.1. Dasar penetapan

Kandungan biuret ditetapkan secara spektrofotometri dari larutan kompleks yang terbentuk yang diperoleh dari reaksi biuret dengan larutan alkali tartrat dan tembaga sulfat. Absorbansi diukur pada panjang gelombang 555 nm.

#### 4.1.2. Alat-alat

- Spektrofotometer
- Labu ukur 100 ml, 200 ml, 250 ml dan 1000 ml
- Neraca analitik 4 desimal
- Pipet volumetrik 10 ml dan 20 ml
- Kertas saring
- Corong kaca

#### 4.1.3. Pereaksi

- Air bebas ion yang bebas CO<sub>2</sub>  
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat semua pereaksi penetapan biuret.
- Larutan tembaga (II) sulfat  
Timbang 15 g tembaga sulfat pentahidrat (CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O), masukkan ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dengan air bebas ion bebas CO<sub>2</sub>, encerkan sampai tanda tera dan dikocok.
- Larutan alkali (kalium natrium) tartrat tetrahidrat  
Timbang 40 g natrium hidroksida, kemudian larutkan dengan 500 ml air bebas ion. Dinginkan, tambahkan 50 g kalium natrium tartrat (KNaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>·4H<sub>2</sub>O) dan tepatkan dengan air suling hingga 1 l. Biarkan selama satu hari sebelum digunakan.
- Larutan biuret standar, 1 mg/ml  
Timbang 1,0000 g biuret rekristalisasi dan larutkan dalam air yang bebas CO<sub>2</sub> dan encerkan hingga 1 l.  
Biuret standar (rekristalisasi) dimurnikan sebagai berikut:  
Sebanyak 10 g biuret dimasukkan ke dalam gelas piala 2 l dan tambahkan 1 l alkohol absolut untuk melarutkan. Pekatkan larutan dengan pemanasan hingga volume 250 ml. Dinginkan pada 5°C dan saring kristal biuret. Ulangi rekristalisasi. Keringkan produk akhir dalam oven pada 105 - 110°C selama 1 jam dan simpan dalam desikator.
- Larutan indikator merah metil  
Larutkan 1,000 gram merah metil dalam 200 ml etanol 95 %.
- Asam sulfat 0,05 M

#### 4.1.4. Cara kerja

##### a. Preparasi contoh

- Timbang teliti 10 gram contoh (atau sejumlah 30 - 125 mg biuret) dan pindahkan ke dalam gelas piala 400 ml. Tambahkan 150 ml air bebas ion hangat (kira-kira 50°C) dan aduk selama 30 menit hingga larut. Saring, cuci ke dalam labu ukur 250 ml dan tepatkan hingga tanda tera.
- Larutan contoh untuk analisa  
Pipet 50 ml larutan dari preparasi contoh, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan 1 tetes larutan indikator merah metil dan netralkan dengan larutan asam sulfat 0.05 M hingga berwarna merah muda (pink). Tambahkan, sambil diaduk 20 ml larutan kalium natrium tartrat dan kemudian 20 ml larutan tembaga sulfat. Encerkan dengan air bebas ion sampai tanda tera dan kocok. Absorbansi ditetapkan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 555 nm, lakukan blanko dengan bebas ion.

##### b. Kurva kalibrasi

Buat deret standar dari 2 ml sampai 50 ml masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian dilanjutkan seperti pada pengerjaan contoh. Buat kurva kalibrasi absorbansi (konsentrasi) vs ml standar.

#### 4.1.5. Perhitungan

$$\text{Kadar biuret (\%)} = \left( \frac{C \times f}{W \times 1000} \right) \times 100 \%$$

keterangan:

- C = konsentrasi biuret dalam 50 ml larutan preparasi contoh, mG;
- f = faktor pengenceran;
- W = bobot contoh dalam gram

#### 4.2. Metoda DSM 135 E, 1973

##### 4.2.1. Dasar penetapan

Dalam suasana basa, biuret bereaksi dengan tembaga (II) sulfat membentuk suatu senyawa kompleks berwarna lembayung. Kelebihan tembaga di dalam larutan ngambang dinetralkan oleh kalium oleh kalium natrium tartrat. Absorbansi larutan diukur pada rentang panjang gelombang 550 nm.

##### 4.2.2. Alat-alat

- Spektrofotometer
- Labu ukur 50 ml; 200 ml dan 1000 ml;
- Neraca analitik 4 desimal
- pipet volumetrik 10 ml dan 20 ml;
- Kertas saring
- Corong kaca
- Corong kaca masir G.3;

### 4.3. Perekasi

- Air bebas ion yang bebas CO<sub>2</sub>  
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat semua pereaksi penetapan biuret.
- Larutan tembaga (II) sulfat  
Timbang 6 g CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- K, Na-tartrat (KNaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>·4H<sub>2</sub>O)  
Timbang 20 g kalium natrium tartrat dan 32 g KOH, masukan ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dengan air bebas ion bebas CO<sub>2</sub> hingga 1 l. Simpan selama minimal 2 hari sebelum digunakan.
- Larutan biuret murni  
Timbang 5 g biuret standar, masukan ke dalam gelas piala 100 ml, tambahkan 15 ml larutan amoniak 10% dan diaduk selama 15 menit. Saring larutan dengan menggunakan corong Gooch G3, cuci alat penyaring masing-masing dua kali dengan 5 ml air dan tiga kali dengan 10 ml aseton. Keringkan biuret selama 3 jam pada suhu 105°C. Simpan biuret standar dalam botol berwarna coklat dan ditutup rapat.
- Larutan standar biuret (0,8 ppm)  
Timbang 0,8 g biuret ke dalam labu ukur 1 l (sebelum ditimbang dikeringkan lebih dahulu pada suhu 105°C selama 3 jam). Encerkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Deret standar biuret  
Pipet masing-masing ke dalam labu ukur 50 ml: 0,5 ; 10; 15; 20; 25 ml larutan baku biuret. Tambahkan masing masing 10 ml larutan natrium kalium tartrat dan 10 ml tembaga sulfat encerkan hingga tanda garis dan diamkan 30 menit. Ukur absorbansi pada panjang gelombang 550 nm.

#### 4.2.4. Cara kerja

Timbang dengan teliti 10.000 g urea ke dalam labu ukur 200 ml, larutkan dengan air bebas ion hingga tanda garis. Kemudian pipet 20 ml larutan contoh ke dalam labu ukur 50 ml + 10 ml larutan K, Na-tartrat + 10 ml larutan tembaga (II) sulfat, encerkan hingga tanda garis. Sebagai larutan blanko, pipet 20 ml larutan contoh ke dalam labu ukur 50 ml + 10 ml larutan K, Na-tartrat, encerkan hingga tanda garis. Pipet 20 ml larutan contoh ke dalam labu ukur 50 ml + 10 ml larutan tembaga (II) sulfat, encerkan hingga tanda garis. Pipet 10 ml larutan K, Na-tartrat ke dalam labu ukur 50 ml, encerkan hingga tanda garis. Diamkan masing-masing selama 30 menit lalu ukur absorbansinya dengan spektrometer pada panjang gelombang 530 – 550 nm. Pengukuran larutan blanko dilakukan untuk standar 0.

#### 4.2.5. Perhitungan

Kadar biuret dapat dilihat pada kurva standar sesuai dengan absorbansi yang didapat dari larutan contoh.

Kadar biuret dapat dihitung dengan rumus berikut:

Kadar biuret (%)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 200 \text{ ml}/1000 \text{ ml} \times 100/10.000 \times 50 \text{ ml}/20 \text{ ml} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,005 \times \text{fk} \end{aligned}$$

## DAFTAR ACUAN

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 21. 2.4.24 Method 976.01. AOAC International, Maryland, USA.

SNI 2801:2010 Pupuk Urea

## 5. Penetapan Fosfor dan Kalium Total

### 5.1. Prinsip

Fosfat dan kalium didestruksi basah dengan asam mineral. Fosfat diukur secara spektrometri dari senyawa kompleks (berwarna kuning) yang terbentuk hasil reaksi dari orthofosfat dengan amonium molibdat dan vanadat, sedangkan kalium diukur dengan spektroskop serapan atom.

### 5.2. Alat-alat

- Neraca analitik 4 desimal
- Labu ukur 100 ml
- Pemanas listrik/*hot plate*
- Dispenser skala 10 ml/pipet ukur volume 10 ml
- Dilutor (pengencer skala 0 – 10 ml)/pipet volume 1 ml
- Pipet ukur 10 ml
- Tabung reaksi 20 ml
- Pengocok tabung (*Vortex mixer*)
- Spektrophotometer visible
- Spektrofotometer serapan atom (SSA)

### 5.3. Pereaksi

- Air bebas ion yang bebas CO<sub>2</sub>  
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat pereaksi dalam penetapan ini.
- HClO<sub>4</sub> p.a. pekat (60%)
- HNO<sub>3</sub> pa. 65%
- Standar 0  
Pipet 1 ml HClO<sub>4</sub> ke dalam labu ukur 100 ml yang berisi kira-kira 20 ml air bebas ion. Kocok campuran dan impitkan dengan air bebas ion.
- Pereaksi I (amonium molibdat 1%)  
Timbang 10 g NH<sub>4</sub> Mo<sub>7</sub> O<sub>24</sub> 4H<sub>2</sub>O dalam 1.000 ml air bebas ion.

- Pereaksi II (amonium vanadat 0,05%)  
Timbang 0,5 g  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  + 70 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dalam 1.000 ml air bebas ion yang telah dididihkan dahulu.
- Pereaksi campuran (1 bagian Pereaksi I + 1 bagian pereaksi II)  
Gunakan dalam keadaan segar, tidak dapat dipakai lebih dari 1 malam.
- Standar induk 2.000 ppm P dalam  $\text{H}_2\text{O}$   
Timbang 8.7742 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (yang telah dikeringkan pada  $130^\circ\text{C}$  selama 2 jam), masukan ke dalam labu ukur 1 l, impitkan hingga tanda garis dengan air bebas ion.
- Standar 500 ppm P  
Pipet 25 ml larutan standar induk 2000 ppm P ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 25 % dan air bebas ion hingga 100 ml.
- Deret standar P (0-500 ppm P)  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10 ml standar 500 ppm P. Tambahkan standar 0 hingga masing-masing menjadi 10 ml, kocok. Deret standar ini mengandung 0; 50; 100; 200; 300; 400; dan 500 ppm P.
- Standar induk 1.000 ppm K (Titrisol)
- Standar 200 ppm K  
Pipet 20 ml dari standar induk 1.000 ppm K ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 25% dan air bebas ion sampai dengan 100 ml, lalu kocok.
- Standar 20 ppm K  
Encerkan standar 200 ppm K sebanyak sepuluh kali dengan  $\text{H}_2\text{O}$ .
- Deret standar K (0-20 ppm K)  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10 ml standar 200 ppm K. Tambahkan standar 0 yang telah diencerkan 10 x hingga masing-masing menjadi 10 ml, kocok. Deret standar ini mengandung 0; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ppm K.

#### 5.4. Cara kerja

Timbang teliti 1.000 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam piala gelas volume 100 ml. Tambahkan 20 ml  $\text{HNO}_3$  65%, kemudian panaskan hingga bahan organik hilang lalu didinginkan kemudian setelah dingin ditambahkan 10 ml  $\text{HClO}_4$  60%. Panaskan kembali pada hot plate suhu  $170\text{-}200^\circ\text{C}$  sampai larut sempurna (ekstrak jangam sampai kering). Kemudian didinginkan lalu dencerkan dengan air bebas ion lalu dipindahkan ke dalam labu takar 250 ml dan ditepatkan dengan air bebas ion sampai tanda tera 500 ml, tutup kemudian kocok bolak balik dengan tangan sampai homogen. Biarkan semalam atau disaring untuk mendapatkan ekstrak jernih.

##### *Pengukuran P*

Pipet 0,5 ml ekstrak jernih atau filtrat dan deret standar P masing-masing ke dalam tabung kimia. Tambahkan masing-masing 9,5 ml pereaksi campuran, kocok hingga homogen dengan vortex. Diukur dengan spektrophotometer pada panjang gelombang 466 nm dengan deret standar P sebagai pembanding.



### *Pengukuran K*

Pipet 1 ml ekstrak jernih atau filtrat di atas ke dalam tabung reaksi dan tambahkan 9 ml air bebas ion, kocok dengan vortex hingga homogen (pengenceran 10 x). Kalium diukur dengan SSA dari ekstrak yang telah diencerkan dengan deret standar K sebagai pembandingan.

#### **5.5. Perhitungan**

Kadar  $P_2O_5$ -total (%)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml}) \times (100/\text{mg contoh}) \times \text{fp} \times (142/62) \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times 142/62 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,04 \times 142/62 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar  $K_2O$ -total (%) = ppm kurva x 0,4 x 94/78 x fk

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$
fp	=	faktor pengenceran (10 untuk K, 1 untuk P)
142/62	=	faktor konversi bentuk P menjadi $P_2O_5$
94/78	=	faktor konversi bentuk K menjadi $K_2O$

#### **DAFTAR ACUAN**

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 21. 2.3.01 Method 957.01. AOAC International, Maryland, USA.
- SNI 02-3776-2005 Pupuk fosfat alam untuk pertanian
- SNI 02-3769-2005 Pupuk SP-36
- SNI 02-2858-2005 Pupuk diamonium fosfat
- SNI 02-2811-2005 Pupuk urea amonium fosfat
- SNI 02-2810-2005 Pupuk monoamonium fosfat
- SNI 02-2800-2005 Pupuk tripel superfosfat plus-Zn
- SNI 02-0086-2005 Pupuk triple superfosfat
- SNI 02-6681-2005 Pupuk anorganik hara makro campuran
- SNI 02-2806-1992 Pupuk kalsium nitrat
- SNI 02-2808-1992 Pupuk kalium nitrat

### **6. Kadar Fosfor dan Kalium Ekstrak Asam Sitrat 2%**

#### **6.1. Dasar penetapan**

Fosfat terlarut asam sitrat 2% diukur secara spektrometri dari senyawa kompleks (warna kuning) yang terbentuk dari hasil reaksi orthofosfat dengan amonium molibdat dan vanadat, sedangkan kalium terlarut asam sitrat 2% diukur dengan spektro serapan atom.

## 6.2. Alat-alat

- Neraca analitik 4 desimal
- Labu takar volume 100 ml
- Mesin kocok dengan kecepatan 250 goyangan/menit
- Dispenser 10 ml/pipet ukur volume 10 ml
- Dilutor/pipet volume 1 ml
- Pipet ukur 10 ml
- Tabung reaksi volume 20 ml
- Pengocok tabung (*Vortex mixer*)
- Spektrofotometer visible
- Spektrofotometer serapan atom (SSA)

## 6.3. Pereaksi

- Larutan asam sitrat 2%  
Timbang 10 g asam sitrat p.a. larutkan dalam 500 ml H<sub>2</sub>O
- Air bebas ion yang bebas CO<sub>2</sub>  
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat pereaksi dalam penetapan ini.
- Standar 0  
Pipet 50 ml asam sitrat 2% ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga 100 ml, kocok.
- Pereaksi I (amonium molibdat 1%)  
Timbang 10 g NH<sub>4</sub> Mo<sub>7</sub> O<sub>24</sub> · 4H<sub>2</sub>O masukan ke dalam 1.000 ml air bebas ion.
- Pereaksi II (amonium vanadat 0,5%)  
Timbang 0,5 g NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> + 70 ml HNO<sub>3</sub> p.a. masukan ke dalam 1.000 ml air bebas ion yang telah dididihkan dahulu.
- Pereaksi campuran (1 bagian Pereaksi I + 1 bagian pereaksi II)  
Gunakan dalam keadaan segar, tidak dapat dipakai lebih dari 1 malam.
- Standar induk 2.000 ppm P dalam H<sub>2</sub>O  
Timbang 8,7742 g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (yang telah dikeringkan pada 130°C selama 2 jam), masukan ke dalam labu ukur 1 l, impitkan hingga tanda garis dengan air bebas ion.
- Standar 500 ppm P  
Pipet 25 ml larutan standar induk 2.000 ppm P ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 50 ml asam sitrat 2% dan air bebas ion hingga 100 ml.
- Deret standar P (0-500 ppm P)  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10 ml standar 500 ppm P. Tambahkan standar 0 hingga masing-masing menjadi 10 ml, kocok. Deret standar ini mengandung 0; 50; 100; 200; 300; 400; dan 500 ppm P.
- Standar induk 1.000 ppm K (Titrisol)
- Standar 200 ppm K  
Pipet 20 ml dari standar induk 1.000 ppm K ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 5 ml asam sitrat 2% dan air bebas ion sampai dengan 100 ml, lalu kocok.

- Deret standar K (0-20 ppm K)  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10 ml standar 200 ppm K. Tambahkan standar 0 yang telah diencerkan 10 x hingga masing-masing menjadi 10 ml, kocok. Deret standar ini mengandung 0; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ppm K.

#### 6.4. Cara kerja

Timbang teliti 0,2500 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam labu takar volume 100 ml. Tambahkan 50 ml asam sitrat 2% dengan dispenser atau pipet volume 50 ml. Tutup dan kocok dengan mesin kocok kecepatan 200 goyangan/menit. Tambahkan air bebas ion hingga tanda tera 100 ml. Kocok bolak-balik dengan tangan hingga homogen, saring dengan kertas saring agar didapat cairan jernih.

##### *Pengukuran P*

Pipet 0,5 ml filtrat dan deret standar P masing-masing ke dalam tabung kimia. Tambahkan masing-masing 9,5 ml pereaksi campuran, kocok hingga homogen dengan vortex. Diukur dengan spektrophotometer pada panjang gelombang 466 nm dengan deret standar P sebagai pembanding.

##### *Pengukuran K*

Pipet 1 ml filtrat di atas ke dalam tabung reaksi dan tambahkan 9 ml air bebas ion, kocok dengan vortex hingga homogen (pengenceran 10 x). Kalium diukur dengan SSA dari ekstrak yang telah diencerkan dengan deret standar K sebagai pembanding.

#### 6.5 Perhitungan

Kadar  $P_2O_5$  asam sitrat 2% (%)

$$= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml}) \times (100/\text{mg contoh}) \times \text{fp} \times (142/90) \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times 142/62 \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 0,04 \times 142/62 \times \text{fk}$$

Kadar  $K_2O$  asam sitrat 2% (%) = ppm kurva x 0,4 x 94/78 x fk

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.

fk = faktor koreksi kadar air =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

fp = faktor pengenceran (10 untuk K, 1 untuk P)

142/62 = faktor konversi bentuk P menjadi  $P_2O_5$

94/78 = faktor konversi bentuk K menjadi  $K_2O$

#### DAFTAR ACUAN

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 10. 2.3.11 Method 960.01. AOAC International, Maryland, USA.

SNI 02-3776-2005 Pupuk Fosfat Alam untuk Pertanian

SNI 02-3769-2005 Pupuk SP-36

SNI 02-2800-2005 Pupuk TSP+Zn

SNI 02-0086-2005 Pupuk Triple Superfosfat

- SNI 02-2857-1992 Pupuk-pupuk Superfosfat Tunggal dan Rangkap, Mutu dan Cara uji
- SNI 2803:2012 Pupuk NPK Padat

## 7. Kadar Fosfor dan Kalium Ekstrak Air

### 7.1. Dasar penetapan

Fosfat terlarut dalam air diukur secara spektrometri dari senyawa kompleks (warna kuning) yang terbentuk dari hasil reaksi orthofosfat dengan amonium molibdat dan vanadat, sedangkan kalium terlarut dalam air diukur langsung dengan spektroskop serapan atom.

### 7.2. Alat-alat

- Neraca analitik 4 desimal
- Labu takar volume 100 ml
- Mesin kocok dengan kecepatan 250 goyangan /menit
- Dispenser 10 ml/pipet ukur volume 10 ml
- Dilutor/pipet volume 1 ml
- Pipet ukur 10 ml
- Tabung reaksi volume 20 ml
- Pengocok tabung (*Vortex mixer*)
- Spektrofotometer visible
- Spektrofotometer serapan atom (SSA)

### 7.3. Pereaksi

- Air bebas ion yang bebas CO<sub>2</sub>  
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat pereaksi dalam penetapan ini.
- Pereaksi I (amonium molibdat 1%)  
Timbang 10 g NH<sub>4</sub> Mo<sub>7</sub> O<sub>24</sub> · 4H<sub>2</sub>O masukan ke dalam 1.000 ml air bebas ion.
- Pereaksi II (amonium vanadat 0,5%)  
Timbang 0,5 g NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> + 70 ml HNO<sub>3</sub> p.a. masukan ke dalam 1.000 ml air bebas ion yang telah dididihkan dahulu.
- Pereaksi campuran (1 bagian Pereaksi I + 1 bagian pereaksi II)  
Gunakan dalam keadaan segar, tidak dapat dipakai lebih dari 1 malam.
- Standar induk 2.000 ppm P dalam H<sub>2</sub>O  
Timbang 8.7742 g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (yang telah dikeringkan pada 130 °C selama 2 jam), masukan ke dalam labu ukur 1 liter, impitkan hingga tanda garis dengan air bebas ion.
- Standar 500 ppm P  
Pipet 25 ml larutan standar induk 2000 ppm P ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga 100 ml, kocok.

- Deret standar P (0-500 ppm P)  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10 ml standar 500 ppm P. Tambahkan air bebas ion hingga masing-masing menjadi 10 ml, kocok. Deret standar ini mengandung 0; 50; 100; 200; 300; 400; dan 500 ppm P.
- Standar induk 1.000 ppm K (Titrisol)
- Standar 200 ppm K  
Pipet 20 ml dari standar induk 1.000 ppm K ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion sampai dengan 100 ml, lalu kocok.
- Deret standar K (0-20 ppm K)  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10 ml standar 200 ppm K. Tambahkan air bebas ion hingga masing-masing menjadi 10 ml, kocok. Deret standar ini mengandung 0; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ppm K.

#### 7.4. Cara kerja

Timbang teliti 0,2500 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam labu takar volume 100 ml. Tambahkan 50 ml air bebas ion dengan dispenser atau pipet volume 50 ml. Tutup dan kocok dengan mesin kocok kecepatan 200 goyangan/menit. Tambahkan lagi air bebas ion hingga tanda tera 100 ml. Kocok bolak-balik dengan tangan hingga homogen, saring dengan kertas saring agar didapat cairan jernih.

##### *Pengukuran P*

Pipet 0,5 ml filtrat dan deret standar P masing-masing ke dalam tabung kimia. Tambahkan masing-masing 9,5 ml pereaksi campuran, kocok hingga homogen dengan vortex. Diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 466 nm dengan deret standar P sebagai pembanding.

##### *Pengukuran K*

Pipet 1 ml filtrat di atas ke dalam tabung reaksi dan tambahkan 9 ml air bebas ion, kocok dengan vortex hingga homogen (pengenceran 10 x). Kalium diukur dengan SSA dari ekstrak yang telah diencerkan dengan deret standar K sebagai pembanding.

#### 7.5. Perhitungan

Kadar  $P_2O_5$  larut dalam air (%)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml}) \times (100/\text{mg contoh}) \times \text{fp} \times (142/62) \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times 142/62 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 0,04 \times 142/62 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Kadar  $K_2O$  larut dalam air (%) = ppm kurva x 0,4 x 94/78 x fk

Keterangan:

ppm kurva	=	kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
fk	=	faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$
fp	=	faktor pengenceran (10 untuk K, 1 untuk P)
142/62	=	faktor konversi bentuk P menjadi $P_2O_5$
94/78	=	faktor konversi bentuk K menjadi $K_2O$

## DAFTAR ACUAN

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 9. 2.3.09 Method 970.01. AOAC International, Maryland, USA.
- SNI 2803:2012 Pupuk NPK padat
- SNI 02-3776-2005 Pupuk fosfat alam untuk pertanian
- SNI 02-3769-2005 Pupuk SP-36
- SNI 02-2800-2005 Pupuk TSP+Zn
- SNI 02-0086-2005 Pupuk triple superfosfat
- SNI 02-2857-1992 Pupuk-pupuk superfosfat tunggal dan rangkap, mutu dan cara uji

### 8. Penetapan Unsur Makro, Mikro dan Logam Berat Total

#### 8.1. Prinsip

Contoh pupuk dilarutkan dalam HCl 2 M. Unsur makro (S, Na, Ca, Mg), mikro (Fe, Al, Mn, Cu, Zn, B) dan logam berat (Pb, Cd, Co, Cr, Ni, Ag, Mo, As, Sn, Se) dalam larutan jernih diukur dengan spektro serapan atom.

#### 8.2. Alat-alat

- Neraca analitik 4 desimal
- Labu takar volume 100 ml
- Pemanas listrik/*hot plate*
- Dispenser 10 ml/pipet ukur 10 ml
- Dilutor/pipet volume 1 ml
- Spektrofotometer serapan atom (SSA)

#### 8.3. Pereaksi

- HCl pekat (37%, Bj. 1,19) p.a.
- HCl 2 M  
Encerkan 165,80 ml HCl pekat (37%) dengan air bebas ion menjadi 1 l.
- Standar 0  
Pipet 50 ml HCl 2 M ke dalam labu ukur 500 ml yang berisi kira-kira 200 ml air bebas ion. Kocok campuran dan impitkan dengan air bebas ion.
- HClO<sub>4</sub> p.a. pekat (60%)
- HNO<sub>3</sub> pa. 65%
- Standar 0  
Pipet 1 ml HClO<sub>4</sub> ke dalam labu ukur 100 ml yang berisi kira-kira 20 ml air bebas ion. Kocok campuran dan impitkan dengan air bebas ion.
- CH<sub>3</sub>COOH glasial (100%) p.a.
- H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> pekat (70%) p.a.

- Standar pokok 1.000 ppm S  
Ditimbang 5,4459 g  $K_2SO_4$  p.a. (yang telah dikeringkan pada  $105^\circ C$  selama 4 jam) ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dan impitkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Standar 50 ppm S  
Dipipet 5 ml standar S 1.000 ppm ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan berturut-turut air bebas ion hingga setengahnya dan 10 ml HCl 25%. Tambahkan lagi air bebas ion hingga tanda tera 100 ml dan kocok hingga homogen.
- Deret standar S (0-50 ppm)  
Dipipet standar S 50 ppm sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan standar 0. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10; 20; 30; 40; 50 ppm S
- Larutan  $BaCl_2$ -Tween  
Ditimbang 6 g serbuk  $BaCl_2$  p.a. ke dalam botol kocok 250 ml, ditambahkan 4 ml Tween 80 dan botol digoyangkan agar campuran merata. Campuran dibiarkan semalam, selanjutnya ditambah 100 ml air bebas ion dan dikocok selama 2 jam hingga serbuk  $BaCl_2$  terlarut sempurna. Dibiarkan semalam sebelum digunakan.
- Larutan asam campur  
Ke dalam labu ukur 1 l yang berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, ditambahkan secara perlahan berturut-turut 250 ml  $CH_3COOH$  glasial, 100 ml HCl pekat dan 100 ml  $H_3PO_4$  pekat, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 l.
- 50 ppm Na, 10 ppm Mg, 125 ppm Ca.  
Dipipet masing-masing :  
5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Na  
12,5 ml standar pokok 1.000 ppm Ca  
1,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mg  
Dicampurkan dalam labu ukur 100 ml, ditambahkan perlahan 10 ml HCl 25%, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campur Na (0-50 ppm), Ca (0-125 ppm) dan Mg (0-10 ppm)  
Dipipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan standar 0. Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	5	10	20	30	40	50	ppm Na
0	12,5	25	50	75	100	125	ppm Ca
0	1	2	4	6	8	10	ppm Mg
- Larutan Lanthan 2,5%  
Timbang 66,8467 g  $LaCl_3 \cdot 7H_2O$ , ditambahkan 10 ml HCl 25% dan dilarutkan dengan air bebas ion, kemudian diimpitkan tepat 1 l.

- Standar pokok Fe, Al, Mn, Cu dan Zn masing-masing 1.000 ppm  
Gunakan larutan standar Titrisol.
- Deret standar Al (0-50 ppm)  
Pipet masing-masing 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Al ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 25% dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10; 20; 30; 40; dan 50 ppm Al
- Standar campur Fe (100 ppm), Mn (100 ppm), Cu (50 ppm) dan Zn (25 ppm)  
Pipet masing-masing:  
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Fe  
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mn  
5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Cu  
2,5 ml standar pokok 1.000 ppm Zn  
Campurkan dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 25% dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Standar campur Fe (10 ppm), Mn (10 ppm), Cu (5 ppm), dan Zn (2,5 ppm)  
Pipet 10 ml standar campur Fe (100 ppm), Mn (100 ppm), Cu (50 ppm) dan Zn (25 ppm) ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 25% dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campur Fe (0-10 ppm), Mn (0-10 ppm), Cu (0-5 ppm), dan Zn (0-2,5 ppm)  
Pipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan larutan standar 0 hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml, kocok.

**Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:**

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	1	2	4	6	8	10	ppm Fe
0	1	2	4	6	8	10	ppm Mn
0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	ppm Cu
0	0,25	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	ppm Zn

- Larutan standar 100 ppm B  
Timbang 0,2857 serbuk  $H_3BO_3$  p.a. ke dalam labu ukur 500 ml dan dilarutkan dengan air bebas ion hingga tepat 500 ml.
- Larutan standar 2 ppm B  
Pipet 2 ml larutan standar 100 ppm B ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 25% dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar 0-2 ppm B  
Pipet berturut turut 0; 1; 2 dan 4 ml standar 2 ppm B ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 sehingga volume masing-masing menjadi 4 ml. Deret standar ini mengandung: 0; 0,5; 1,0 dan 2,0 ppm B



- Larutan sangga  
Larutkan 100 g  $\text{NH}_4$ -Asetat, 10 g EDTA-4Na (Titriplex II) dan 4 g nitrilotriaceticacid (NTA) (Titriplex I) dengan 160 ml air bebas ion di dalam botol plastik. Ditambahkan perlahan 50 ml asam asetat glasial dan diaduk hingga homogen.
- Azomethine-H  
Larutkan 0,25 g azomethine-H dan 0,5 g asam askorbat dengan sekitar 25 ml air bebas ion di dalam erlenmeyer plastik 50 ml. Erlenmeyer direndam dalam air panas hingga larutan menjadi jernih. Simpan pereaksi ini dalam botol plastik berwarna gelap.
- Standar pokok 1.000 ppm Pb (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Cd (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Co (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Cr (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Ni (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Mo (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Ag (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm As (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Se (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Sn (Titrisol)  
(Pindahkan secara kuantitatif masing-masing larutan standar induk logam berat Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok).
- Standard campuran: (20 ppm Pb, 2 ppm Cd, 5 ppm Co, 10 ppm Ni, 20 ppm Cr)  
Pipet 20 ml standar pokok Pb, 2 ml standar pokok Cd, 5 ml standar pokok Co, 20 ml standar pokok Cr dan 10 ml standar pokok Ni ke dalam labu ukur 1.000 ml. Tambahkan 100 ml HCl 25% dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 1.000 ml, lalu dikocok.
- Standar campuran: ( 30 ppm Mo, 20 ppm As, 10 ppm Se )  
Pipet 30 ml standar pokok Mo, 20 ml standar pokok As dan 10 ml standar pokok Ni ke dalam labu ukur 1.000 ml. Tambahkan 100 ml HCl 25% dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 1.000 ml, lalu dikocok.
- Deret standar campuran  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml larutan standar campuran ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2 dan 0 ml larutan standar 0, kocok.
- Standar 5 ppm Ag:  
Pipet 2,5 ml standar pokok Ag ke dalam labu ukur 500 ml, tambahkan 50 ml HCl 25% dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 500 ml.

- Deret Standar Ag:  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml standar 5 ppm Ag ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2; dan 0 ml standar 0, kocok.
- Standar 50 ppm Sn  
Pipet 25 ml standar pokok Sn ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian tambahkan 50 ml HCl 25% dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 500 ml.
- Deret Standar Sn:  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml standar 50 ppm Sn ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2 dan 0 ml standar 0, kocok

#### 8.4. Cara kerja

##### Pupuk NPK

Timbang teliti 1.000 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam piala gelas volume 100 ml. Tambahkan 20 ml HNO<sub>3</sub> 65%, kemudian panaskan hingga bahan organik hilang lalu didinginkan kemudian setelah dengan ditambahkan 10 ml HClO<sub>4</sub> 60%. Panaskan kembali pada hot plate suhu 170-200°C sampai larut sempurna (ekstrak jangan sampai kering). Kemudian didinginkan lalu dincerkan dengan air bebas ion lalu dipindahkan ke dalam labu takar 250 ml dan ditepatkan dengan air bebas ion sampai tanda tera 500 ml, tutup kemudian kocok bolak balik dengan tangan sampai homogen. Biarkan semalam atau disaring untuk mendapatkan ekstrak jernih.

##### Bahan Pupuk Anorganik dan Pupuk Campuran

Timbang teliti 1,00 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam gelas kimia volume 150 ml. Tambahkan 10 ml HCl 2 M dengan dispenser atau pipet volume 10 ml. Panaskan pada *hot plate* sampai larut sempurna, dididihkan sekitar 15 menit (jangan sampai kering). Larutkan kembali dengan 20 ml HCl 2M, sambil perlahan dididihkan. Saring contoh ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian bilas endapan dan kertas saring dengan air bebas ion selanjutnya encerkan dengan air bebas ion ditepatkan sampai tanda tera 100 ml, tutup kemudian kocok bolak balik dengan tangan sampai homogen. Estrak segera diukur.

##### 8.4.1. Pengukuran Ca, Mg, dan Na

Pipet 0,5 ml ekstrak ke dalam tabung kimia dan ditambahkan 4,5 ml air bebas ion (Pengenceran 10x) dan ditambahkan 0,5 ml larutan La 2,5%. Kocok dengan menggunakan pengocok tabung sampai homogen. Ca, Mg, dan Na diukur menggunakan SSA dengan deret standar sebagai pembanding.

##### 8.4.2. Pengukuran S

Pipet masing-masing 1 ml ekstrak dan deret standar S ke dalam tabung kimia. Ditambahkan masing-masing 4 ml air bebas ion, 1 ml asam campur dan 1 ml larutan BaCl<sub>2</sub>-tween kemudian kocok dengan pengocok tabung sampai homogen. Biarkan 30 menit dan kemudian diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 494 nm.

#### 8.4.3. Pengukuran unsur-unsur mikro dan logam berat

Unsur-unsur mikro Fe, Al, Mn, Cu, Zn, dan logam berat Pb, Cd, Co, Cr, Ni, Ag, Mo, As, Sn, dan Se diukur langsung dari ekstrak contoh menggunakan SSA dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding. Al dan Mo menggunakan nyala campuran gas N<sub>2</sub>O-asetilen, sedangkan yang lainnya menggunakan nyala campuran udara-asetilen.

#### 8.4.4. Pengukuran boron

Pipet masing-masing 4 ml ekstrak contoh dan deret standar boron ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 1 ml larutan sangga dan kocok. Kemudian tambahkan 1 ml Azomethine-H, kocok dan biarkan 1 jam. Boron dalam larutan diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 430 nm.

### 8.5. Perhitungan

Kadar Ca, Mg dan Na (%)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/\text{mg contoh} \times 10 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar S (\%)} &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10/\text{mg contoh} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar Fe, Al, Mn, Cu, Zn dan B ( ppm )

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 1.000/\text{g contoh} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/\text{g contoh} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar unsur logam berat (ppm)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 1.000/\text{g contoh} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/\text{g contoh} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

$$\begin{aligned} \text{ppm kurva} &= \text{kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.} \\ 100 &= \text{konversi ke \% (pada satuan \%)} \\ \text{fk} &= \text{faktor koreksi kadar air} = 100/(100 - \% \text{ kadar air}) \\ \text{fp} &= \text{faktor pengenceran} \end{aligned}$$

### DAFTAR ACUAN

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 29. 2.6.01 Method 965.09. AOAC International, Maryland, USA.
- SNI 2803:2012 Pupuk NPK padat
- SNI 02-2804-2005 Pupuk Dolomit
- SNI 02-2807-1992 Pupuk Kiseret
- SNI 6989.20:2019 Cara Uji Sulfat, SO<sub>4</sub> secara Turbidimetri

## 9. Kadar Logam Berat Hg dengan SSA cara Uap Dingin

### 9.1. Dasar penetapan

Metode SSA nyala yang biasa tidak cukup peka dalam mengukur Raksa (Hg). Metode SSA Uap dingin dapat mengukur Hg hingga level ppb (*part per billion* =  $10^{-9}$ ). Contoh didestruksi dengan HCl 2 M. Hg dalam analit direduksi dengan SnCl<sub>2</sub> dalam suasana asam yang langsung membentuk uap atom Hg, sehingga tidak perlu nyala (teknik uap dingin). Uap Hg dibawa oleh aliran gas inert (nitrogen atau argon) ke dalam sel kuarsa. Sinar dari lampu katode Hg yang melewati sel diabsorpsi oleh uap atom Hg dan diukur dengan SSA.

### 9.2. Alat alat

- Neraca analitik
- *Vortex mixer*
- Spektrometer serapan atom
- Generator uap raksa
- Tabung reaksi 20 ml
- Labu ukur 1 l
- Erlenmeyer 100 ml
- Pipet 1-10 ml

### 9.3. Pereaksi

- HCl pekat (37%, Bj. 1,19) p.a.
- HCl 2 M  
Encerkan 165,80 ml HCl pekat (37%) dengan air bebas ion menjadi 1 l.
- Standar 0  
Pipet 50 ml HCl 2 M ke dalam labu ukur 500 ml yang berisi kira-kira 200 ml air bebas ion. Kocok campuran dan impitkan dengan air bebas ion.
- HClO<sub>4</sub> p.a. pekat (60%)
- HNO<sub>3</sub> pa. 65%
- Standar 0  
Pipet 1 ml HClO<sub>4</sub> ke dalam labu ukur 100 ml yang berisi kira-kira 20 ml air bebas ion. Kocok campuran dan impitkan dengan air bebas ion.
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (95-97%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi (DHL < 1 μ S/cm)
- Standar pokok 1.000 ppm Hg (Titrisol)
- Standar 100 ppm Hg:  
Pipet 10 ml standar pokok Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.

- Standar 10 ppm Hg:  
Pipet 10 ml standar 100 ppm Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Standar 1000 ppb Hg:  
Pipet 10 ml standar 10 ppm Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Deret standar Hg: 0; 25; 50; dan 1000 ppb Hg  
Pipet masing-masing 0; 2,5; 5 dan 10 ml standar 100 ppb Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tanda garis. Larutan standar harus selalu segar.
- Larutan SnCl<sub>2</sub> 0,1% dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N  
Sebanyak 1 g SnCl<sub>2</sub> dilarutkan dengan H<sub>2</sub>O hingga sekitar 500 ml di dalam labu ukur 1 l. Ditambahkan perlahan 27 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p) sambil labu digoyangkan dan dijadikan 1 l dengan H<sub>2</sub>O.
- Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 N  
Sebanyak 13 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p) dimasukkan perlahan ke dalam labu ukur 1 l yang berisi sekitar 500 ml H<sub>2</sub>O, dijadikan 1 l dengan H<sub>2</sub>O dan kocok hingga homogen.

#### 9.4. Cara kerja

##### Pupuk NPK

Timbang teliti 1.000 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam piala gelas volume 100 ml. Tambahkan 20 ml HNO<sub>3</sub> 65%, kemudian panaskan hingga bahan organik hilang lalu didinginkan kemudian setelah dingin ditambahkan 10 ml HClO<sub>4</sub> 60%. Panaskan kembali pada hot plate suhu 170-200°C sampai larut sempurna (ekstrak jangan sampai kering). Kemudian didinginkan lalu dincerkan dengan air bebas ion lalu dipindahkan ke dalam labu takar 250 ml dan ditepatkan dengan air bebas ion sampai tanda tera 500 ml, tutup kemudian kocok bolak balik dengan tangan sampai homogen. Biarkan semalam atau disaring untuk mendapatkan ekstrak jernih.

##### Bahan Pupuk Anorganik dan Pupuk Campuran

Timbang teliti 1,00 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam gelas kimia volume 150 ml. Tambahkan 10 ml HCl 2 M dengan dispenser atau pipet volume 10 ml. Panaskan pada *hot plate* sampai larut sempurna, dididihkan sekitar 15 menit (jangan sampai kering). Larutkan kembali dengan 20 ml HCl 2M, sambil perlahan dididihkan. Saring contoh ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian bilas endapan dan kertas saring dengan air bebas ion selanjutnya encerkan dengan air bebas ion ditepatkan sampai tanda tera 100 ml, tutup kemudian kocok bolak balik dengan tangan sampai homogen. Estrak segera diukur.

Ekstrak jernih diukur dengan SSA yang dilengkapi Generator Uap pada 253,7 nm dengan deret standar Hg sebagai pembanding. Gas pembawa dialirkan, pereaksi SnCl<sub>2</sub>, larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

## 9.5. Perhitungan

$$\begin{aligned}\text{Kadar Hg (ppb)} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000/\text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 100 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000/\text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 100/\text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk}\end{aligned}$$

Keterangan:

$$\begin{aligned}\text{ppb kurva} &= \text{Kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.} \\ \text{fp} &= \text{faktor pengenceran (bila ada)} \\ \text{fk} &= \text{faktor koreksi kadar air} = 100/(100 - \% \text{ kadar air})\end{aligned}$$

## DAFTAR ACUAN

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 29. 2.6.01 Method 965.09. AOAC International, Maryland, USA.

## 10. Kadar Logam As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida

### 10.1 Dasar penetapan

Metode generasi uap meningkatkan kepekaan teknik spektrometer serapan atom untuk logam-logam yang membentuk hidrida (As, Se, Sb, Sn dan Bi). Metode  $\text{NaBH}_4$  mereaksikan unsur analit dalam larutan asam dengan natrium borohidrida membentuk gas hidrida. Uap hidrida dibawa oleh aliran gas inert (nitrogen atau argon) ke dalam tabung kuarsa yang dipanaskan sehingga terjadi dekomposisi. Sinar dari lampu katode yang diabsorpsi oleh atom analit ditetapkan seperti cara SSA yang biasa.

### 10.2. Alat alat

- Neraca analitik
- *Vortex mixer*
- Spektrometer serapan atom
- Generator hidrida
- Labu ukur 1l
- Pipet 1-10 ml
- Tabung reaksi 30 ml

### 10.3. Pereaksi

- HCl pekat (37%, Bj. 1,19) p.a.
- HCl 2 M  
Encerkan 165,80 ml HCl pekat (37%) dengan air bebas ion menjadi 1 liter.
- Standar 0  
Pipet 50 ml HCl 2 M ke dalam labu ukur 500 ml yang berisi kira-kira 200 ml air bebas ion. Kocok campuran dan impitkan dengan air bebas ion.
- $\text{HClO}_4$  p.a. pekat (60%)
- $\text{HNO}_3$  pa. 65%

- Standar 0  
Pipet 1 ml  $\text{HClO}_4$  ke dalam labu ukur 100 ml yang berisi kira-kira 20 ml air bebas ion. Kocok campuran dan impitkan dengan air bebas ion.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi
- Larutan natrium borohidrida,  $\text{NaBH}_4$  1%  
Larutkan 10 g  $\text{NaBH}_4$  dan 4 g  $\text{NaOH}$  dalam labu ukur 1 l dengan air bebas ion, encerkan dan impitkan hingga tanda garis. Larutan ini harus selalu segar.
- Larutan  $\text{HCl}$  1 N  
Encerkan 100 ml  $\text{HCl}$ (pa) dalam gelas piala, tambahkan air bebas ion 1100 ml. Larutan ini harus selalu baru.
- Pereaksi natrium iodida atau kalium iodida 20%  
Larutkan 20 g  $\text{NaI}$  (KI) dalam labu ukur 100 ml dengan air bebas ion dan impitkan hingga tanda garis. Larutan harus selalu baru.
- Pereaksi ascorbic acid 10%  
Larutkan 10 ascorbic acid dalam labu ukur 100 ml dengan air bebas ion dan impitkan hingga tanda garis. Larutan harus selalu baru.
- Standar Arsen (100 ppm)  
Pipet 10 ml standar pokok As ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar Arsen (10 ppm)  
Pipet 10 ml standar As 100 ppm ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar Arsen (1 ppm)  
Pipet 10 ml standar As 10 ppm ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar pokok 1.000 ppm As, Se, Sn, Sb dan Bi (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar logam berat Titrisol di dalam ampul masing-masing ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar campuran 500 ppb As, Se, Sn, Sb dan Bi:  
Pipet 0,5 ml standar pokok As, Se, Sn, Sb dan Bi ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Deret standar campuran 0; 10; 20; 30; 40; dan 50 ppb As, Se, Sn, Sb dan Bi:  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 3; 4 dan 5 ml standar campuran 500 ppb ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis. Larutan deret standar harus selalu baru.

#### 10.4. Cara kerja

##### Pupuk NPK

Timbang teliti 1.000 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam piala gelas volume 100 ml. Tambahkan 20 ml  $\text{HNO}_3$  65%, kemudian panaskan hingga bahan organik hilang lalu diidnginkan kemudian setelah dingan ditambahkan 10 ml  $\text{HClO}_4$

60%. Panaskan kembali pada hot plate suhu 170-200°C sampai larut sempurna (ekstrak jangan sampai kering). Kemudian didinginkan lalu dincerkan dengan air bebas ion lalu dipindahkan ke dalam labu takar 250 ml dan ditepatkan dengan air bebas ion sampai tanda tera 500 ml, tutup kemudian kocok bolak balik dengan tangan sampai homogen. Biarkan semalam atau disaring untuk mendapatkan ekstrak jernih.

### **Bahan Pupuk Anorganik dan Pupuk Campuran**

Timbang teliti 1,00 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam gelas kimia volume 150 ml. Tambahkan 10 ml HCl 2 M dengan dispenser atau pipet volume 10 ml. Panaskan pada *hot plate* sampai larut sempurna, dididihkan sekitar 15 menit (jangan sampai kering). Larutkan kembali dengan 20 ml HCl 2M, sambil perlahan dididihkan. Saring contoh ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian bilas endapan dan kertas saring dengan air bebas ion selanjutnya encerkan dengan air bebas ion ditepatkan sampai tanda tera 100 ml, tutup kemudian kocok bolak balik dengan tangan sampai homogen. Estrak segera diukur.

Ekstrak jernih digunakan untuk pengukuran logam berat dengan SSA yang dilengkapi Generator Uap dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding.

#### **\* Catatan pengukuran unsur logam berat As**

*Preparasi Deret standar As 0; 1; 2; 5 ppb.* Pipet masing-masing 0; 10 ; 20; 50  $\mu$ L larutan standar As 1 ppm ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 2 ml KI 20%, 0.4 ml ascorbic acid 10% dan 3 ml HCl (p.a). Kemudian ditambahkan air bebas ion sampai total volume 20 ml. Aduk dan biarkan selama 30 menit sebelum diukur.

*Preparasi contoh untuk pengukuran As.* Pipet ekstrak jernih dan blanko 10 ml ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 2 ml KI 20%, 0.4 ml ascorbic acid 10% dan 3 ml HCl (p.a). Kemudian ditambahkan air bebas ion sampai total volume 20 ml. Aduk dan biarkan selama 30 menit sebelum diukur.

Gas pembawa dialirkan, pereaksi Na-borohidrida, larutan HCl 1 N, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

#### **\* Catatan pengukuran unsur logam berat Se**

*Preparasi contoh untuk pengukuran Se.* Pipet masing-masing 10 ml contoh, deret standar campuran, ekstrak jernih dan blanko ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 4 ml HCl 37%, aduk dan impitkan dengan air bebas ion hingga 20 ml dikocok sampai homogen. Gas pembawa dialirkan, pereaksi Na-borohidrida, larutan HCl 1,2 N, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

### **10.5. Perhitungan**

Kadar logam berat (ppb)

$$\begin{aligned} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 / \text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 100 \text{ ml} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 / \text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppb kurva} \times 100 / \text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$



Keterangan:

- ppb kurva = Kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.
- fp = faktor pengenceran (bila ada)
- fk = faktor koreksi kadar air =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

## DAFTAR ACUAN

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 29. 2.6.01 Method 965.09. AOAC International, Maryland, USA.

### 11.A. Penetapan Besar Butir

#### 11.1. Dasar penetapan

Besar butir ditetapkan dengan cara penimbangan contoh yang lolos ayak pada ukuran lubang tertentu.

#### 11.2. Alat- alat

- Neraca analitik
- Ayakan mesh No. 5. dan No. 10 (DAP, MAP, Urea MAP)
- Ayakan mesh No. 8. dan No. 60 (Kaptan)
- Ayakan mesh No. 18. dan No. 6 / No. 10. dan No. 4 (Urea butiran/glintiran)

#### 11.3. Cara kerja

**Ukuran butir pupuk DAP, MAP, urea MAP :** Timbang teliti 100 g contoh asli, masukkan dalam ayakan 5 mesh dan 10 mesh. Diayak selama 30 menit. Timbang bagian yang tertinggal di ayakan 10 mesh (lolos ayakan 5 mesh).

**Ukuran Butir pupuk Kaptan :** Timbang teliti 100 g contoh uji (yang sudah dipanasi 115 - 120°C selama 2 jam) ke dalam ayakan yang disusun pada No.8, dan No. 60. Lakukan pengayakan pada tiap-tiap ayakan hingga tidak ada lagi contoh yang dapat lolos. Timbang contoh yang lolos ayakan No.8, dan No. 60. Hitung tingkat kelolosan ayakan tiap nomor ayakan.

**Ukuran butir pupuk Urea :** Timbang teliti 100 g contoh asli (urea butiran) atau 200 g contoh asli (urea glintiran), masukan dalam ayakan mesh No.18 dan 6 atau ayakan mesh No.10 dan 4. Diayak selama 30 menit. Timbang bagian yang tertinggal di atas masing-masing ayakan.

#### 11.4. Perhitungan

**Ukuran Butir pupuk DAP, MAP, urea MAP :**

Butiran lolos ayakan 5 mesh, tidak lolos ayakan 10 mesh (%) =  $W2/W1 \times 100\%$

Keterangan :

W1 = berat contoh

W2 = berat contoh yang lolos ayakan No. 5, tidak lolos ayakan 10 mesh

### Ukuran Butir pupuk Kaptan :

Tingkat kelolosan ayakan (%) =  $W1/W2 \times 100\%$

Keterangan :

W1 = Berat contoh yang lolos pada ayakan, g;

W2 = Berat contoh uji, g.

### DAFTAR ACUAN

SNI 02-2858-2005	Pupuk Diamonium Fosfat
SNI 02-2810-2005	Pupuk Mono Amonium Fosfat
SNI 02-2811-2005	Pupuk Urea Amonium Fosfat
SNI 482 : 2018	Pupuk Kapur Untuk Pertanian
SNI 2801 : 2010	Pupuk Urea

## 11.b Penetapan Kehalusan

### 11.1. Dasar penetapan

Besar butir/kehalusan ditetapkan dengan cara penimbangan contoh yang lolos ayak pada ukuran lubang tertentu.

### 11.2. Alat- alat

- Neraca analitik
- Ayakan mesh No. 25. dan No. 80 (Pupuk fosfat alam)
- Ayakan mesh No. 5. dan No. 10

### 11.3. Cara kerja

Kehalusan Pupuk fosfat alam untuk pertanian : Timbang teliti 100 g contoh asli, masukan dalam ayakan tersusun (yang paling atas No.25 selanjutnya No.80). Diayak sampai tidak ada lagi yang lolos. Timbang masing-masing bagian yang lolos pada setiap ayakan tersebut.

Kehalusan Pupuk Dolomit : Timbang teliti 25 g contoh asli, masukan dalam ayakan tersusun (yang paling atas No.25 selanjutnya No.80). Diayak selama 30 menit. Timbang masing-masing bagian yang tidak lolos pada setiap ayakan tersebut.

### 11.4. Perhitungan

- PA : Kehalusan : Lolos 25 mesh =  $(a+b)/100 \times 100\%$   
Kehalusan : Lolos 80 mesh =  $b/100 \times 100\%$

Keterangan:

a+b = bagian yang lolos 25 mesh, g

b = bagian yang lolos 80 mesh, g

- Dolomit : Lolos ayakan mesh No.25 =  $W - W1/W \times 100 \%$   
Lolos ayakan mesh No. 80 =  $W - (W1 + W2) / W \times 100 \%$

W = berat contoh

W1 = berat contoh yang tidak lolos ayakan No 25

W2 = berat contoh yang tidak lolos ayakan No. 80

## DAFTAR ACUAN

- SNI 02-3776-2005 Pupuk Fosfat Alam untuk Pertanian  
SNI 02-2804-2005 Pupuk Dolomit

### 12. Penetapan Asam Bebas Ekstrak Air

#### 12.1. Prinsip

Kemasaman bebas dapat diekstrak dengan air dan ditentukan kadarnya secara titrasi langsung menggunakan larutan NaOH 0,10 N dengan indikator campuran.

#### 12.2. Alat-alat

- Buret digital 3 desimal
- Erlenmeyer 250 ml
- Neraca analitik 4 desimal
- Kertas saring Whatman no. 40

#### 12.3. Pereaksi

- Larutan NaOH 0,10 N yang telah distandardisasi
- Indikator campuran yaitu: 50 ml larutan 0,2% MM dalam etanol dengan 50 ml larutan 0,1% biru metil dalam etanol.
- Air netral  
Air bebas ion yang dinetralkan dengan larutan 0,10 N NaOH atau larutan 0,10 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dengan penunjuk campuran sampai warna abu-abu.

#### 12.4. Cara Kerja

Timbang teliti 10,000 g contoh pupuk masukan ke dalam erlenmeyer kemudian ditambah 100 ml air netral dan dikocok selama 30 menit. Campuran disaring dengan kertas saring, dipipet 50 ml filtrat ke dalam erlenmeyer dan dititar dengan larutan NaOH 0,10 N sampai tepat timbul warna abu-abu.

#### 12.5 Perhitungan

Kadar asam bebas dihitung sebagai H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (%)  
$$= 49 \times V \times N \times 100 \text{ ml}/50 \text{ ml} \times 100 \% / W \times \text{fk}$$

Keterangan:

- V = banyaknya NaOH 0,10 N dalam ml  
N = normalitas NaOH (0,10)  
W = berat contoh dalam mg  
fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

## DAFTAR ACUAN

- SNI 2581:2019 Pupuk Amonium Klorida  
SNI 2809:2014 Pupuk Kalium Sulfat

- SNI 02-2800-2005 Pupuk Triple Super Fosfat Plus Zn  
 SNI 02-1760-2005 Pupuk Amonium Sulfat  
 SNI 02-0086-2005 Pupuk Triple Super Fosfat

### 13. Penetapan Asam Bebas Ekstrak Aseton

#### 13.1. Prinsip

Kemasaman bebas dapat diekstrak dengan aseton dan ditentukan kadarnya secara titrasi menggunakan larutan NaOH 0,10 N dengan indikator PP.

#### 13.2. Alat-alat

- Buret digital 3 desimal
- Erlenmeyer 250 ml
- Neraca analitik 4 desimal
- Kertas saring Whatman no. 40

#### 13.3. Pereaksi

- Larutan NaOH 0,10 N yang telah distandardisasi
- Penunjuk phenolphtalin (PP) 0,1%

*Larutkan 100 mg phenolphtalin dalam 100 ml etanol 96%.*

- Aseton ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ) 99,5%, p.a.

#### 13.4. Cara kerja

Timbang teliti 5 g contoh pupuk ke dalam erlenmeyer, kemudian diekstrak dengan 100 ml aseton dan dikocok selama 30 menit dan disaring dengan kertas saring ke dalam erlenmeyer kering. Pipet 50 ml filtrat ke dalam erlenmeyer kering tambahkan 50 ml air bebas ion dan tiga tetes indikator PP. Kemudian dititar dengan larutan NaOH 0,10 N sampai tepat timbul warna merah jambu.

#### 13.5. Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar asam bebas dihitung sebagai } \text{H}_3\text{PO}_4 (\%) & \\ &= 49 \times V \times N \times 100 \text{ ml}/50 \text{ ml} \times 100/W \times \text{fk} \\ &= 49 \times V \times N \times 2 \times 100/W \times \text{fk} \\ &= 98 \times V \times N \times 100/W \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

- V = banyaknya NaOH 0,10 N dalam ml  
 N = normalitas NaOH (0,10 )  
 W = berat contoh dalam mg  
 Fk = faktor koreksi kadar air =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

#### DAFTAR ACUAN

- SNI 2809:2014 Pupuk Kalium Sulfat  
 SNI 02-3769-2005 Pupuk SP-36

SNI 02-2800-2005	Pupuk Triple Super Fosfat Plus Zn
SNI 02-1760-2005	Pupuk Amonium Sulfat
SNI 02-0086-2005	Pupuk Triple Super Fosfat

## 14. Penetapan Belerang

### 14.1. Prinsip

Belerang dalam bentuk sulfat diukur dengan spektrofotometer berdasarkan metode turbidimetri pada panjang gelombang 494 nm.

### 14.2. Alat-alat

- Neraca analitik 4 desimal
- Labu takar volume 100 ml
- Dispenser 10 ml
- Dilutor
- Pipet 1 ml
- Hot plate 0 – 350 °C
- Spektrofotometer visible

### 14.3. Pereaksi

- HCl pekat (37%, Bj. 1,19) p.a.
- HCl 2 M  
Encerkan 165,80 ml HCl pekat (37%) dengan air bebas ion menjadi 1 liter.
- Standar 0  
Pipet 50 ml HCl 2 M ke dalam labu ukur 500 ml yang berisi kira-kira 200 ml air bebas ion. Kocok campuran dan impitkan dengan air bebas ion.
- Larutan BaCl<sub>2</sub> – Tween-80,  
Timbang 6 g BaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O, tambahkan 4 ml Tween – 80 dan dijadikan 100 ml dengan penambahan air bebas ion, kocok sampai homogen. Larutan ini dibiarkan satu malam sebelum dipakai. Pereaksi ini dapat digunakan tidak lebih dari satu minggu.
- Asam campur  
Campurkan 125 ml asam asetat glasial p.a. (97-100%), 50 ml HCl p.a. pekat (37%) dan 50 ml asam fosfat pa, semuanya dijadikan 500 ml dengan air bebas ion.
- Standar induk 1.000 ppm S  
Timbang 5.4354 g K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> masukan ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Standar 100 ppm S  
Pipet 10 ml standar induk 1.000 ppm S ke dalam labu ukur 100 ml. Impitkan hingga tanda tera dengan larutan air bebas ion.

- Standar 50 ppm S dalam HCl 0,02 M  
Pipet 50 ml standar 100 ppm S ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 1 ml larutan HCl 2 M dan air bebas ion hingga tanda tera.
- Deret standar 0-50 ppm S  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10 ml standar 50 ppm S. Tambahkan HCl 0,04 M hingga masing-masing menjadi 10 ml, kocok. Deret standar ini mengandung 0; 5; 10; 20; 30; 40; dan 50 ppm S.

#### 14.4. Cara kerja

Timbang teliti 1,00 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam labu takar volume 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 2 M dengan dispenser atau pipet volume 10 ml. Panaskan pada hot plate sampai larut sempurna, dididihkan selama 15 menit. Encerkan dengan air bebas ion dan setelah dingin volume ditepatkan sampai tanda tera 100 ml, tutup kemudian kocok bolak balik dengan tangan sampai homogen. Biarkan semalam atau disaring untuk mendapatkan ekstrak jernih.

Pipet 1 ml ekstrak dan deret standar S ke dalam tabung kimia dan tambahkan 4 ml air bebas ion (pengenceran 5x), kocok sampai homogen. Pipet masing-masing 1 ml deret standar S dan ekstrak contoh yang telah diencerkan 5x ke dalam tabung kimia. Tambahkan 1 ml asam campur dan 1 ml BaCl<sub>2</sub>-tween kemudian kocok sampai homogen.

Diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 494 nm dengan deret standar S sebagai pembanding.

#### 14.5. Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar S (\%)} &= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml}) \times (100/\text{mg contoh}) \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,04 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.

100 = faktor konversi ke %

fk = faktor koreksi kadar air =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

fp = faktor pengenceran

#### DAFTAR ACUAN

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 29. 2.6.01 Method 965.09. AOAC International, Maryland, USA.

SNI 2809:2014	Pupuk Kalium Sulfat
SNI 02-3769-2005	Pupuk SP-36
SNI 02-2800-2005	Pupuk Triple Super Fosfat Plus Zn
SNI 02-1760-2005	Pupuk Amonium Sulfat
SNI 02-2807-1992	Pupuk Kiseret
SNI 6989.20:2019	Cara Uji Sulfat, SO <sub>4</sub> secara Turbidimetri

## 15. Penetapan Silikat

### 15.1. Dasar penetapan

Bahan yang tak larut dalam HCl, dengan HF akan membentuk SiF<sub>4</sub> yang mudah menguap.

### 15.2. Alat-alat

- Neraca analitik
- Gelas piala volume 150 ml
- Corong dari gelas
- Cawan platina/porselin
- Pemanas listrik/*hot plate*
- Tanur listrik/*muffle furnace*

### 15.3. Pereaksi

- Larutan HCl (1 : 1)  
Campurkan 1 bagian HCl pekat dengan 1 bagian air bebas ion.
- HF pekat
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat

### 15.4. Cara kerja

Timbang teliti 1,000 g contoh yang telah dihaluskan ke dalam piala gelas volume 150 ml. Tambahkan 25 ml HCl (1:1), didihkan sampai larut (15 menit). Encerkan dengan air bebas ion dan saring dengan kertas saring tak berabu. Cuci endapan dengan air bebas ion panas sampai bebas klorida.

Masukan endapan dan kertas saring tersebut ke dalam cawan platina yang telah diketahui beratnya, pijarkan dalam tanur pada 1.000°C selama 15 menit. Dinginkan dalam desikator dan timbang (W1). Selanjutnya abu ditetesi beberapa tetes HF dan 1 tetes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat. Panaskan di atas *hot plate*, pijarkan dalam tanur pada 1.000°C selama 15 menit, dinginkan dalam desikator dan timbang sampai bobot tetap (W2).

### 15.5. Perhitungan

$$\text{Kadar SiO}_2 = (W1-W2)/ W \times 100 \%$$

Keterangan:

- W1 = berat endapan setelah pemijaran pertama (g)  
W2 = berat endapan setelah pemijaran kedua (g)  
W = berat contoh (g)

## DAFTAR ACUAN

SNI 02-2804-2005 Pupuk Dolomit

## 16. Penetapan klor

### 16.1. Prinsip

Klorida ditetapkan secara titrasi Argentometri (Mohr), dari ekstrak air dengan indikator kromat. Ion perak dengan ion klorida memberikan endapan putih dan kelebihan perak dengan kromat membentuk endapan merah.

### 16.2. Alat-alat

- Neraca analitik
- Labu takar volume 100 ml/botol kocok 100 ml
- Mesin kocok dengan kecepatan 250 goyangan /menit
- Corong penyaring dan kertas saring W-41
- Pipet volume 10 ml
- Erlenmeyer 50 ml
- Titrator/buret 10 ml

### 16.3. Pereaksi

- Larutan  $\text{AgNO}_3$  0,01 N  
Timbang 1,6985 g  $\text{AgNO}_3$  masukan ke dalam labu ukur 1.000 ml, impitkan hingga tanda garis dengan air bebas ion.
- Larutan indikator  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  5%  
Timbang 5 g  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  masukan ke dalam labu ukur 100 ml, impitkan hingga tanda garis dengan air bebas ion.

### 16.4. Cara kerja

Timbang teliti 1,000 g contoh ke dalam labu takar volume 100 ml, tambahkan 50 ml air bebas ion. Kocok dengan mesin kocok selama 30 menit dengan kecepatan 200 goyangan/menit. Tepatkan volume hingga tanda tera 100 ml dengan air bebas ion, kocok bolak balik. Disaring dengan kertas saring agar mendapat ekstrak jernih.

Pipet 10 ml ekstrak (filtrat) ke dalam erlenmeyer dan tambahkan 0,5 – 1 ml indikator  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  5%. Titar dengan larutan  $\text{AgNO}_3$  0,01 N hingga titik ahir titrasi yang ditunjukkan dengan terbentuknya endapan merah bata dari perak kromat, catat volume titran yang diperlukan ( $V_c$ ). Sebagai penetapan blanko dipipet 10 ml air bebas ion dan ditetapkan seperti contoh, catat volume titran yang diperlukan ( $V_b$ ).

### 16.5. Perhitungan

Kadar Cl (%)

$$\begin{aligned} &= (V_c - V_b) \times N \times 35,5 \times \text{ml ekstrak/ml ekstrak dipipet} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 35,5 \times 100/10 \times 100/1.000 \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 35,5 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

$$\begin{aligned} V_b &= \text{banyaknya titran untuk penitaran blanko (ml)} \\ V_c &= \text{banyaknya titran untuk penitaran contoh (ml)} \end{aligned}$$



N	=	normalitas larutan AgNO <sub>3</sub>
35,5	=	berat setara Cl
100	=	faktor konversi ke %
fk	=	faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

## DAFTAR ACUAN

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21st Edition. Volume 1. Chapter 2 p. 33. 2.6.09 Method 928.02. AOAC International, Maryland, USA.  
SNI 2809:2014 Pupuk Kalium Sulfat

### 17. Daya Netralisasi Kapur

#### 17.1. Dasar Penetapan

Kapur yang digunakan untuk meningkatkan pH (netralisasi kemasaman) tanah dalam pertanian umumnya berupa senyawa karbonat seperti kalsit (CaCO<sub>3</sub>) dan dolomit (CaMg(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>), namun dapat juga berupa senyawa hidroksida seperti kalsium hidroksida (Ca(OH)<sub>2</sub>) dan senyawa oksida seperti magnesium oksida (MgO). Daya netralisasi kapur ditetapkan dengan metode Titrasi Kembali (*Back Titration*). Kapur dilarutkan dengan asam kuat berlebih. Kelebihan asam dititrasi dengan larutan basa baku menggunakan PP sebagai indikator. Daya Netralisasi kapur dinyatakan sebagai setara kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>).

#### 17.2. Alat-alat

- Neraca dengan ketelitian 1mg
- Buret digital + pengaduk magnet
- Botol Kocok 100 ml
- Labu ukur 2000 ml
- Labu ukur 500 ml
- Labu 1000 ml

#### 17.3. Pereaksi

- Air bebas ion dan CO<sub>2</sub>  
Didihkan air bebas ion dan biarkan dingin kembali.
- HCl 0,5 N  
Masukkan titrisol HCl 1N ke dalam labu ukur 2000 ml lalu impitkan sampai dengan tanda tera dengan air bebas ion, kocok.
- NaOH 1 N  
Masukkan titrisol NaOH 1N ke dalam labu ukur 1000 ml lalu impitkan sampai dengan tanda tera dengan air bebas ion, kocok.
- NaOH 0,25 N  
Dipipet 25 ml NaOH 1 N ke dalam labu 100 ml lalu impitkan sampai dengan tanda tera dengan air bebas ion, kocok. Tetapkan normalitas larutan ini dengan larutan HCl 0,5 N setiap kali akan digunakan.

- Indikator PP  
Ditimbang 0,500 g pp dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml diencerkan menggunakan alkohol sampai dengan 100 ml, Kocok
- CaCO<sub>3</sub> G.R.

#### 17.4. Cara Kerja

Daya Netralisasi kapur Pupuk Dolomit : Timbang 0,500 g contoh dan timbang 0,500 g CaCO<sub>3</sub> (sebagai contoh standar) ditambahkan 50 ml HCl 0,5 N, kocok. Setelah buih tinggal sedikit, didihkan larutan dan biarkan hingga dingin. Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion bebas CO<sub>2</sub> hingga tepat 100 ml. Ekstrak jernih dipipet 20 ml, ditambahkan 3 tetes indikator PP lalu dititar dengan NaOH 0,25 N hingga berwarna merah muda. Hasil penitaran dicatat. Penitaran dilakukan juga untuk standar CaCO<sub>3</sub> dan blanko.

Daya Netralisasi kapur Pupuk Kapur untuk pertanian : Timbang contoh 1.9 - 4.6 gram masukkan ke dalam Erlenmeyer 500 ml. Tambahkan 100 ml HCl 1,0 N dan didihkan secara perlahan kurang lebih selama 5 menit. Kemudian dinginkan larutan, tambahkan indikator PP 2-3 tetes ke dalam larutan dan titrasi kelebihan asam dengan menggunakan larutan NaOH 0,5 N. Hitung kalsium karbonat ekuivalen dalam contoh sebagai % CaCO<sub>3</sub>.

#### 17.5. Perhitungan

Daya Netralisasi (% Setara CaCO<sub>3</sub>) (adbk)  

$$= (\text{ml blanko} - \text{ml contoh}) \times N \text{ NaOH} \times 50 \times 100 \text{ ml} / 20 \text{ ml}$$

$$\times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fk}$$

$$= (\text{ml blanko} - \text{ml contoh}) \times N \text{ NaOH} \times 25 / \text{g contoh} \times \text{fk}$$

#### Keterangan:

ml blanko = ml NaOH 0,25 N yang digunakan untuk titrasi blanko

ml contoh = ml NaOH 0,25 N yang digunakan untuk titrasi contoh

50 = berat setara CaCO<sub>3</sub>

100 = konversi ke %

fk = faktor koreksi kadar air =  $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

adbk = atas dasar bahan kering.

#### DAFTAR ACUAN

SNI 482:2018      Kapur untuk Pertanian  
 SNI 02-2804-2005      Pupuk Dolomit

## B. ANALISIS PUPUK ORGANIK

### 1. Persiapan Contoh dan Kadar Bahan Ikutan

#### 1.1. Prinsip

Pengambilan contoh pupuk organik merupakan tahapan analisis yang harus diperhatikan dan sebagai sumber kesalahan dalam analisis. Contoh pupuk merepresentasikan pupuk yang akan diwakili, contoh 1 kg yang akan dianalisis merepresentasikan 250-500 t populasi. Pengambilan contoh harus dilakukan oleh orang terlatih dan PPC tersertifikasi.

Contoh pupuk organik diaduk hingga homogen dan diayak dengan ayakan 2 mm. Bahan yang tidak lolos ayakan merupakan bahan ikutan (plastik, kaca, kerikil dll.) dipisahkan dan ditimbang. Semua analisis menggunakan contoh pupuk yang lolos ayakan 2 mm (contoh halus) kecuali kadar air contoh asal dan kadar bahan ikutan.

#### 1.2. Alat-alat

- Neraca analitik,
- Gelas piala volume 500 ml,
- Botol plastik isi 250 ml bertutup.
- Ayakan 2 mm

#### 1.3. Cara kerja

Timbang dengan teliti 200-350 g contoh pupuk asal ke dalam piala, masukan contoh ke dalam ayakan, kemudian diayak. Bahan yang tidak lolos ayakan, merupakan bahan ikutan, dimasukkan ke dalam gelas piala lain yang telah diketahui bobotnya. Timbang piala yang berisi bahan ikutan. Siapkan botol plastik yang telah diberi kode pengirim dan nomor laboratorium yang sesuai dengan contoh asalnya, masukan contoh pupuk halus ke dalam botol plastik ini dan tutup rapat untuk analisis selanjutnya.

#### 1.4. Perhitungan

Kadar bahan ikutan (%) =  $W1/W \times 100 \%$

Keterangan:

W = bobot contoh asal dalam g

W1 = bobot bahan tidak lolos ayakan 2 mm dalam g

Faktor koreksi bahan ikutan (fki) =  $(100 - \% \text{ bahan ikutan})/100$

### DAFTAR ACUAN

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.1. 2.1.01 Method 929.01. AOAC International, Maryland, USA.
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.3. 2.1.05 Method 929.02. AOAC International, Maryland, USA.
- SNI 19-7030-2004 Spesifikasi Kompos dari Sampah Organik Domestik
- SNI 19-7763-2018 Pupuk Organik Padat

## 2. Penetapan Kadar Air

### 2.1. Prinsip

Air dalam contoh pupuk organik diuapkan dengan cara pengeringan oven pada suhu 105°C selama semalam (16 jam).

### 2.2. Alat-alat

- Neraca analitik,
- Botol timbang,
- Oven listrik,
- Desikator.
- Gegep

### 2.3. Cara kerja

Timbang dengan teliti masing-masing 10 g contoh pupuk asal dan 5 g pupuk halus (<2 mm) ke dalam cawan porselin bertutup yang sudah diketahui bobotnya. Kemudian masukan ke dalam oven dan dikeringkan selama semalam (16 jam). pada suhu 105° C. Dinginkan dalam desikator dan timbang. Simpan contoh ini untuk penetapan kadar abu (penetapan bahan organik dengan cara pengabuan).

### 2.4. Perhitungan

$$\text{Kadar air (\%)} = (W - W1) \times 100/W$$

Dimana:

- W = bobot contoh asal dalam gram
- W1 = bobot contoh setelah dikeringkan dalam gram
- 100 = faktor konversi ke %

fk (faktor koreksi kadar air) =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$  (dihitung dari kadar air contoh pupuk halus dan digunakan sebagai faktor koreksi dalam perhitungan hasil analisis selain kadar air dan bahan ikutan).

## DAFTAR ACUAN

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.4. 2.1.01 Method 950.01. AOAC International, Maryland, USA.
- SNI 19-7030-2004 Spesifikasi Kompos dari Sampah Organik Domestik
- SNI 19-7763-2018 Pupuk Organik Padat

## 3. Penetapan pH

### 3.1. Dasar penetapan

Nilai pH menunjukkan konsentrasi ion H<sup>+</sup> dalam larutan, yang dinyatakan sebagai  $-\log[H^+]$ . Peningkatan konsentrasi H<sup>+</sup> menaikkan potensial larutan yang diukur oleh alat dan dikonversi dalam skala pH. Elektroda gelas merupakan elektrode selektif khusus H<sup>+</sup>, hingga memungkinkan untuk hanya mengukur potensial yang disebabkan

kenaikan konsentrasi  $H^+$ . Potensial yang timbul diukur berdasarkan potensial elektrode pembanding (kalomel atau  $AgCl$ ). Biasanya digunakan satu elektrode yang terdiri atas elektrode pembanding dan elektrode gelas (elektroda kombinasi).

### 3.2. Alat-alat

- Botol kocok 100 ml,
- Neraca analitik,
- Dispenser 25 ml/gelas ukur,
- Mesin kocok,
- Labu semprot 500 ml,
- pH meter.

### 3.3. Perekasi

- Larutan buffer pH 10, pH 7,0 dan pH 4,0

### 3.4. Cara kerja

Ditimbang dengan teliti 5,00 g contoh pupuk organik halus, dimasukkan ke dalam botol kocok, ditambah 25 ml air bebas ion. Kemudian dikocok dengan mesin kocok selama 30 menit. Lalu diukur dengan pH meter yang telah dikalibrasi menggunakan larutan buffer pH 10 atau pH 7,0 dan pH 4,0.

## DAFTAR ACUAN

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.77. 2.8.03 Method 994.18. AOAC International, Maryland, USA.  
SNI 19-7030-2004 Spesifikasi Kompos dari Sampah Organik Domestik  
SNI 19-7763-2018 Pupuk Organik Padat

## 4. Penetapan Kadar Abu

### 4.1. Prinsip

Kadar abu/sisa pijar ditetapkan dengan cara pengabuan pada suhu 550 – 800°C, sehingga bahan organik menjadi  $CO_2$  dan logam menjadi oksida logamnya. Bobot bahan yang hilang merupakan bahan organik yang dapat dikonversi menjadi kadar C-organik setelah dikalikan faktor 0,58.

### 4.2. Alat dan bahan

- Cawan porselen,
- Eksikator,
- Neraca,
- Tanur/furnace.
- Gegep

#### 4.3. Cara kerja

- Contoh pupuk bekas penetapan kadar air (butir 3.2) ditimbang 10 g contoh ke dalam cawan porselin lalu dimasukkan ke dalam tanur.
- Mula-mula diabukan pada suhu 300°C selama 45 menit - 1,5 jam dan selanjutnya pada suhu 550-800°C selama 2,5 jam sampai pengabuan sempurna. Matikan tanur.
- Dinginkan contoh dalam desikator kemudian timbang.

#### 4.4. Perhitungan

$$\text{Kadar abu (\%)} = W2 / W1 \times fk \times fki \times 100 \%$$

$$\text{Kadar bahan organik (\%)} = 100 \% - (\% \text{ kadar air} + \% \text{ kadar abu})$$

$$\text{Kadar C-organik (\%)} = \text{Kadar bahan organik} \times 0,58 \times fk \times fki$$

Keterangan:

W1 = berat contoh dalam gram

W2 = berat abu dalam gram

fki = faktor koreksi bahan ikutan =  $(100 - \% \text{ bahan ikutan})/100$

fk = faktor koreksi kadar air =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

0,58 = faktor konversi bahan organik ke karbon

Catatan : dalam perhitungan % kadar bahan organik, % kadar abu yang digunakan adalah

$$\text{Kadar abu (\%)} = W2 / W1 \times 100 \%$$

### DAFTAR ACUAN

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 3 p.1. 3.1.04 Method 930.05. AOAC International, Maryland, USA.  
SNI 19-7763-2018 Pupuk Organik Padat

## 5. Kadar N total

### 5.1. Prinsip

N-organik dan N-NH<sub>4</sub> yang terdapat dalam contoh didestruksi dengan asam sulfat dan selenium mixture membentuk amonium sulfat, didestilasi dengan penambahan basa berlebih dan akhirnya destilat dititrasi. Nitrogen dalam bentuk nitrat diekstraksi dengan air, direduksi dengan devarda alloy, didestilasi dan akhirnya dititrasi.

### 5.2. Alat-alat

- Neraca analitik,
- Digestion apparatus (Pemanas listrik/ block digester Kjeldahltherm),
- Unit destilator/labu Kjeldahl,
- Labu Didih,
- Labu semprot,
- Titrator/buret,
- Dispenser,

- Erlenmeyer vol. 100 ml,
- Labu Ukur
- Pipet Volumetri,
- Pipet Tetes.

### 5.3. Preaksi

- $\text{H}_2\text{SO}_4$  pa. 98%
- Larutan baku  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05 N  
Pipet 25 ml standar titrisol  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 N dalam labu ukur 500 ml, impitkan hingga tanda tera dengan air bebas ion.
- Asam borat 1%  
Timbang 10 g asam borat dalam 1.000 ml air bebas ion
- Indikator Conway  
Timbang 0,15 g BCG + 0,1 g MM dalam 100 ml etanol 96%.
- Selenium Mixture
- NaOH 40%  
Timbang 40 g NaOH dalam labu ukur 100 ml, impitkan hingga tanda tera dengan air bebas ion.
- Standarisasi Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05 N  
Menimbang 0,5 – 1,0 gram  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  (boraks), larutkan dengan  $\text{H}_2\text{O}$  lalu diimpitkan sampai 100 ml. Larutan boraks dipipet 10 ml lalu tambahkan 3 tetes indikator MM dan dititrasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

### 5.3. Cara kerja

#### 5.3.1. Penetapan *N-organik dan N-NH<sub>4</sub>*

Timbang dengan teliti 0,500 g contoh pupuk organik yang telah dihaluskan ke dalam labu Kjeldahl/tabung digestor. Tambahkan 0,25 – 0,50 g selenium mixture dan 3 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pa, kocok hingga campuran merata dan biarkan 2 – 3 jam supaya diperarang. Didestruksi sampai sempurna dengan suhu bertahap dari 150°C hingga akhirnya suhu maks 350°C dan diperoleh cairan jernih (3 – 3,5 jam). Setelah dingin diencerkan dengan sedikit akuades agar tidak mengkristal. Pindahkan larutan secara kuantitatif ke dalam labu didih destilator volume 250 ml, tambahkan air bebas ion hingga setengah volume labu didih dan sedikit batu didih. Siapkan penampung destilat yaitu 10 ml asam borat 1% dalam erlenmeyer volume 100 ml yang dibubuhi 3 tetes indikator Conway.

Destilasikan dengan menambahkan 20 ml NaOH 40%. Destilasi selesai bila volume cairan dalam erlenmeyer sudah mencapai sekitar 75 ml. Destilat dititrasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05 N, hingga titik akhir (warna larutan berubah dari hijau menjadi merah jambu muda) = A ml, penetapan blanko dikerjakan = A1 ml.

#### 5.3.2. Penetapan *N- NH<sub>4</sub>*

Timbang dengan teliti 0,500 g contoh halus masukan ke dalam labu didih destilator, tambahkan sedikit batu didih, 0,5 ml parafin cair dan 100 ml air bebas ion. Blanko adalah 100 ml air bebas ion ditambah batu didih dan parafin cair. Siapkan penampung destilat yaitu 10 ml asam borat 1% dalam erlenmeyer 100 ml yang dibubuhi 3 tetes indikator Conway.

Destilasikan dengan menambahkan 10 ml NaOH 40%. Destilasi selesai bila volume cairan dalam erlenmeyer sudah mencapai sekitar 75 ml. Destilat dititrasi dengan larutan baku H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,05 N, hingga titik akhir (warna larutan berubah dari hijau menjadi merah jambu muda) = B ml, blanko = B1 ml.

### 5.3.3. Penetapan N-NO<sub>3</sub>

Bekas penetapan di atas (N-NH<sub>4</sub>) dibiarkan dingin, lalu tambahkan air bebas ion (termasuk blanko) hingga volume semula. Siapkan penampung destilat yaitu 10 ml asam borat 1% dalam erlenmeyer 100 ml yang dibubuhi 3 tetes indikator Conway.

Destilasikan dengan menambahkan 2 g Devarda Alloy, destilasi dimulai tanpa pemanasan agar buih tidak meluap. Setelah buih hampir habis, pemanasan dimulai dari suhu rendah, setelah mendidih suhu dinaikkan menjadi normal. Destilasi selesai bila volume cairan dalam erlenmeyer sudah mencapai sekitar 75 ml. Destilat dititrasi dengan larutan baku H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,05 N, hingga titik akhir (warna larutan berubah dari hijau menjadi merah jambu muda) = C ml, blanko = C1 ml.

### 5.4. Perhitungan

#### *N-organik dan N-NH<sub>4</sub>*

$$\text{Kadar N (\%)} = (A \text{ ml} - A1 \text{ ml}) \times 0,05 \times 14 \times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fk}$$

#### *N-NH<sub>4</sub>*

$$\text{Kadar N-NH}_4 \text{ (\%)} = (B \text{ ml} - B1 \text{ ml}) \times 0,05 \times 14 \times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fk}$$

#### *N-NO<sub>3</sub>*

$$\text{Kadar N-NO}_3 \text{ (\%)} = (C \text{ ml} - C1 \text{ ml}) \times 0,05 \times 14 \times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fk}$$

Keterangan:

A ml	=	ml titran untuk contoh (N-org + N-NH <sub>4</sub> )
A1 ml	=	ml titran untuk blanko (N-org + N-NH <sub>4</sub> )
B ml	=	ml titran untuk contoh (N-NH <sub>4</sub> )
B1 ml	=	ml titran untuk blanko (N-NH <sub>4</sub> )
C ml	=	ml titran untuk contoh (N-NO <sub>3</sub> )
C1 ml	=	ml titran untuk blanko (N-NO <sub>3</sub> )
14	=	bobot setara N
fk	=	faktor koreksi kadar air = 100/(100 - % kadar air)

$$\text{Kadar N-organik (\%)} = (\text{Kadar N-organik dan N-NH}_4) - \text{Kadar N-NH}_4$$

$$\text{Kadar N-total (\%)} = \text{Kadar N-organik} + \text{N-NH}_4 + \text{N-NO}_3$$

### DAFTAR ACUAN

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.12. 2.4.01 Method 920.01. AOAC International, Maryland, USA.
- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.12. 2.4.10 Method 892.01. AOAC International, Maryland, USA.
- SNI 19-7030-2004 Spesifikasi Kompos dari Sampah Organik Domestik



## 6. Kadar Karbon Organik (Walkley & Black)

### 6.1. Prinsip

Karbon organik dalam contoh dioksidasi oleh dikromat dalam suasana asam. Krom III yang terbentuk setara dengan C-organik yang teroksidasi dan diukur secara spektrometri.

### 6.2. Alat-alat

- Neraca analitik,
- Labu takar volume 100 ml,
- Dispenser skala 10 ml/pipet ukur 10 ml,
- Pipet volume 5 ml,
- Spektrofotometer Visibel.

### 6.3. Pereaksi

- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pa. 98%, BJ 1,84
- K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 2 N  
Timbang 98,1 g K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> + 100 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pa masukan ke dalam labu ukur 1.000 ml ditambah air bebas ion sampai batas tera.
- Larutan standar 5000 ppm C  
Timbang 12,5 g glukosa dalam 1.000 ml air bebas ion

### 6.4. Cara kerja

Timbang dengan teliti 0,05 – 0,10 g contoh pupuk yang telah dihaluskan masukan ke dalam labu takar volume 100 ml. Tambahkan berturut-turut 5 ml larutan K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 2 N, kocok, dan 7,5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pa. 98%, kocok lagi, biarkan 30 menit jika perlu sekali-kali dikocok.

Untuk standar yang mengandung 250 ppm C, pipet 5 ml larutan standar 5000 ppm C ke dalam labu takar volume 100 ml, tambahkan 5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan 7 ml larutan K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 1 N dengan pengerjaan seperti di atas. Kerjakan pula blanko yang digunakan sebagai standar 0 ppm C. Masing-masing diencerkan dengan air bebas ion dan setelah dingin volume ditepatkan hingga tanda tera 100 ml, kocok bolak balik hingga homogen dan biarkan semalam. Esoknya diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 587 nm.

### 6.5. Perhitungan

Kadar C-organik (%) = ppm kurva x 100/mg contoh x 100 ml/1.000 ml x fk

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.

100 = konversi ke %

fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

Kadar bahan organik (%) = 100/58 x kadar C-org (%)

100 /58 adalah faktor Van Bemmelen

## DAFTAR ACUAN

SNI 19-7030-2004 Spesifikasi Kompos dari Sampah Organik Domestik

### 7. Penetapan Unsur Makro dan Mikro Total

#### 7.1. Dasar penetapan

Contoh dioksidasi basah dengan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$ . Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur P, S, dan B secara spektrofotometri; sedangkan K, Na, Ca, Mg, Fe, Al, Mn, Cu, dan Zn diukur dengan spektrofotometer serapan atom.

#### 7.2. Alat-alat

- Neraca analitik,
- Labu Kjeldahl volume 50 ml,
- Tabung dan Block digester Kjeldahltherm,
- Microwave digester
- Vessel
- Labu takar volume 50 ml,
- Pipet Volumetri
- Tabung kimia volume 20 ml,
- Vortex mixer,
- Dilutor skala 0 – 10 ml/pipet ukur volume 10 ml,
- Dispenser skala 0 – 10 ml/pipet volume 1 ml,
- Spektrofotometer UV-VIS
- Spektrofotometer serapan atom (AAS).

#### 7.3. Pereaksi

- $\text{HNO}_3$  pa 65%
- $\text{HClO}_4$  pa. 60%
- Standar 0 (larutan  $\text{HClO}_4$  0,6 %)
- Pipet 1 ml  $\text{HClO}_4$  pekat (60%) ke dalam labu ukur 100 ml yang telah berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 100 ml (pengenceran 100x).
- Pereaksi P pekat  
Larutkan 12 g  $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7 \text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dalam 100 ml air. Tambahkan 140 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan 0,227 g K  $(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$ . Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- Pereaksi pewarna P  
Campurkan 1,06 g asam askorbat dan 100 ml pereaksi P pekat. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- Standar induk  $\text{PO}_4$  1.000 ppm (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk  $\text{PO}_4$  Titrisol dari dalam ampul ke dalam labu ukur 1 l. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok. Dan bisa juga berasal dari larutan standar baku 500/1000 ppm.

- Standar induk PO<sub>4</sub> 200 ppm  
Pipet 50 ml standar induk PO<sub>4</sub> 1.000 ppm Titrisol ke dalam labu 250 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Deret standar PO<sub>4</sub> ( 0-200 ppm)  
Dipipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 200 ppm PO<sub>4</sub> ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 sehingga volume masing-masing menjadi 10 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan:  
0; 20; 40; 80; 120; 160; dan 200 ppm PO<sub>4</sub>.
- Standar pokok S 1.000 ppm  
Timbang 5,4459 g K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p.a. (kering 105 °C) ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dan impitkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Standar S 50 ppm  
Pipet 5 ml standar S 1.000 ppm ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan berturut-turut air bebas ion hingga setengahnya dan secara perlahan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat. Tambahkan lagi air bebas ion hingga tanda tera 100 ml dan kocok hingga homogen.
- Deret standar S (0-50 ppm)  
Pipet standar S 50 ppm sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan HClO<sub>4</sub> 0,6%. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10; 20; 30; 40; 50 ppm S
- Larutan BaCl<sub>2</sub>-Tween  
Timbang 6 g serbuk BaCl<sub>2</sub> p.a. ke dalam botol kocok 250 ml, ditambahkan 4 ml Tween 80 dan botol digoyangkan agar campuran merata. Campuran dibiarkan semalam, selanjutnya ditambah 100 ml air bebas ion dan dikocok selama 2 jam hingga serbuk BaCl<sub>2</sub> terlarut sempurna. Biarkan semalam sebelum digunakan.
- Larutan asam campur  
Ke dalam labu ukur 1 l yang berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, ditambahkan secara perlahan berturut-turut 250 ml CH<sub>3</sub>COOH glasial (100%) p.a., 100 ml HCl pekat (37%) p.a. dan 100 ml H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> pekat (70%) p.a., kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 l.
- Standar campur 200 ppm K, 50 ppm Na, 10 ppm Mg, 100 ppm Ca.  
Pipet masing-masing:  
20 ml standar pokok 1.000 ppm K  
5 ml standar pokok 1.000 ppm Na  
10 ml standar pokok 1.000 ppm Ca  
1,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mg  
Campurkan dalam labu ukur 100 ml, ditambahkan perlahan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campur K (0-200 ppm), Na (0-50 ppm), Ca (0-100 ppm), dan Mg (0-10 ppm)

Pipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan HClO<sub>4</sub> 0,6%. Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	20	40	60	80	120	200	ppm K
0	5	10	20	30	40	50	ppm Na
0	10	20	40	60	80	100	ppm Ca
0	1	2	4	6	8	10	ppm Mg

- Larutan La 2,5% (25.000 ppm)  
Timbang 66,8467 g LaCl<sub>3</sub> 7H<sub>2</sub>O, ditambahkan 10 ml HCl 25% dan dilarutkan dengan air bebas ion, kemudian diimpitkan tepat 1 l.
- Larutan La 0,25%  
Larutan La 2,5% diencerkan 10 x dengan air bebas ion.
- Standar pokok Fe, Al, Mn, Cu dan Zn masing-masing 1.000 ppm  
Gunakan larutan standar Titrisol.
- Deret standar Al (0-50 ppm)  
Dipipet masing-masing 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 dan 5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Al ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan perlahan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10; 20; 30; 40; dan 50 ppm Al.
- Standar campur Fe (100 ppm), Mn (100 ppm), Cu (50 ppm), dan Zn (25 ppm)  
Pipet masing-masing:  
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Fe  
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mn  
5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Cu  
2,5 ml standar pokok 1.000 ppm Zn  
Campurkan dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan perlahan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campur Fe (0-100 ppm), Mn (0-100 ppm), Cu (0-50 ppm), dan Zn (0-25 ppm)  
Pipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan larutan standar 0 hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml.
- Standar campur Fe (10 ppm), Mn (10 ppm), Cu (5 ppm), dan Zn (2,5 ppm)  
Dipipet 10 ml standar campur Fe (100 ppm), Mn (100 ppm), Cu (50 ppm), dan Zn (25 ppm) ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan perlahan 1 ml HClO<sub>4</sub> pekat dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campur Fe (0-10 ppm), Mn (0-10 ppm), Cu (0-5 ppm), dan Zn (0-2,5 ppm)

Dipipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan larutan standar 0 hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml, kocok.

**Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:**

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	1	2	4	6	8	10	ppm Fe
0	1	2	4	6	8	10	ppm Mn
0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	ppm Cu
0	0,25	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	ppm Zn

- Larutan standar 100 ppm B  
Timbang 0,2857 serbuk  $H_3BO_3$  p.a. ke dalam labu ukur 500 ml dan dilarutkan dengan air bebas ion hingga tepat 500 ml.
- Larutan standar 2 ppm B  
Pipet 2 ml larutan standar 100 ppm B ke dalam labu ukur 100 ml. Diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 100 ml.
- Deret standar 0-2 ppm B  
Dipipet berturut turut 0; 1; 2 dan 4 ml standar 2 ppm B ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 sehingga volume masing-masing menjadi 4 ml. Deret standar ini mengandung: 0; 0,5; 1,0; dan 2,0 ppm B
- Larutan sangga  
Larutkan 100 g  $NH_4$ -Asetat, 10 g EDTA-4Na (Titriplex II) dan 4 g nitrilotriaceticacid (NTA) (Titriplex I) dengan 160 ml air bebas ion di dalam botol plastik. Ditambahkan perlahan 50 ml asam asetat glasial dan diaduk hingga homogen.
- Azomethine-H  
Larutkan 0,25 g azomethine-H dan 0,5 g asam askorbat dengan sekitar 25 ml air bebas ion di dalam erlenmeyer plastik 50 ml. Erlenmeyer direndam dalam air panas hingga larutan menjadi jernih. Simpan pereaksi ini dalam botol plastik berwarna gelap.

**7.4. Cara kerja**

Ekstraksi menggunakan *digest block*

Ditimbang 0,5 g contoh pupuk organik <0,5 mm ke dalam tabung digest, ditambahkan 5 ml asam nitrat p.a dan 0,5 ml asam perklorat p.a, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100°C selama 1 jam 30 menit, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 130°C selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150°C selama 2 jam 30 menit (sampai uap kuning habis, bila masih ada uap kuning waktu pemanasan

ditambah lagi), setelah uap kuning habis suhu ditingkatkan menjadi 170 °C selama 1 jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 200°C selama 1 jam (hingga terbentuk uap putih). Destruksi selesai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa larutan jernih sekitar 0,5 ml. Ekstrak didinginkan kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 50 ml, lalu dikocok hingga homogen, biarkan semalam.

Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup

Timbang teliti 0,5 g contoh pupuk organik <0,5 mm ke dalam digestion vessel, tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a predigester pada suhu ruangan, tutup vessel dan tempatkan dalam microwave, atur power berdasarkan vessel yang digunakan. Naikkan suhu ke 200°C dalam waktu 15 menit. Panaskan pada microwave digester pada suhu 200°C selama 30 – 60 menit. Dinginkan dan encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak contoh.

#### ***Pengukuran K dan Na***

Pipet 1 ml ekstrak contoh ke dalam tabung kimia volume 20 ml, tambahkan 9 ml air bebas ion (dapat menggunakan dilutor), kocok dengan Vortex mixer sampai homogen. Ekstrak ini adalah hasil pengenceran 10x. Ukur K dan Na dalam menggunakan flamefotometer atau SSA dengan deret standar dicatat emisi/absorbansi baik standar maupun contoh.

#### ***Pengukuran fosfat***

Dipipet masing-masing 1 ml ekstrak contoh dan deret standar P ke dalam tabung kimia. Tambahkan 9 ml air bebas ion kocok (pengukuran 10x). Ditambahkan 1 ml pereaksi pewarna P. Kocok dengan pengocok tabung sampai homogen dan biarkan 30 menit. P dalam larutan diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm. Lakukan pengenceran bila absorbansi contoh melebihi absorbansi deret standar tertinggi.

#### ***Pengukuran Ca dan Mg***

Pipet 1 ml ekstrak contoh ke dalam tabung kimia volume 20 ml, tambahkan 9 ml air bebas ion dan 1 ml larutan La 25.000 ppm. Pipet 10 ml masing-masing deret standar Ca dan Mg (standar Campuran I) ke dalam tabung kimia, tambahkan masing-masing 1 ml larutan La 25.000 ppm. Kocok dengan Vortex mixer sampai homogen. Diukur dengan SSA dan dicatat nilai absorbansinya.

#### ***Pengukuran S***

Pipet masing-masing 1 ml ekstrak contoh dan deret standar S ke dalam tabung kimia. Tambahkan 7 ml asam campur dan 1 ml larutan BaCl<sub>2</sub> Tween, kocok sampai homogen. Diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 494 nm, dicatat nilai absorbansinya.

#### ***Pengukuran B***

Pipet masing-masing 4 ml ekstrak contoh dan deret standar boron ke dalam tabung kimia, tambahkan masing-masing 1 ml larutan buffer boron. Masing-masing ditambahkan 1

ml larutan Azomethine-H, kocok sampai homogen dan biarkan 1 jam. Diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 430 nm.

**Pengukuran unsur mikro (Fe, Al, Mn, Cu dan Zn)**

Unsur mikro dari ekstrak contoh di atas diukur langsung dengan SSA, hasilnya dibandingkan dengan deret standar (biasanya Fe dalam ekstrak contoh perlu diencerkan sampai 10 x).

**7.5. Perhitungan**

Kadar K/Na (%) =

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

Kadar P (%) =

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times 31/95 \times \text{fk}$$

Kadar P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (%) =

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times 31/95 \times 142/62 \times \text{fk}$$

Kadar Ca/Mg (%) =

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

Kadar unsur mikro (Fe, Mn, Al, Cu dan Zn) (ppm)

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 1000 \text{ g/g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

Keterangan:

ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

100 = faktor konversi ke %

31 = bobot atom P

95 = bobot molekul PO<sub>4</sub>

142 = bobot molekul P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

**DAFTAR ACUAN**

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.6. 2.3.02 Method 958.01. AOAC International, Maryland, USA

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.23. 2.5.04 Method 983.02. AOAC International, Maryland, USA

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.32. 2.6.07 Method 945.04. AOAC International, Maryland, USA

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.37. 2.6.22 Method 972.02. AOAC International, Maryland, USA

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.39. 2.6.27 Method 983.04. AOAC International, Maryland, USA

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.33. 2.6.11 Method 975.01. AOAC International, Maryland, USA

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1.  
Chapter 2 p.40. 2.6.31 Method 975.02. AOAC International, Maryland, USA

SNI 19-7030-2004 Spesifikasi Kompos dari Sampah Organik Domestik

SNI 19-7763-2018 Pupuk Organik Padat

## 8. Penetapan Total Logam Berat

### 8.1. Prinsip

Contoh dioksidasi basah dengan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$ . Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur logam berat (Pb, Cd, Co, Cr, Ni, Mo, Ag, As, Se, Sn). Kadar logam berat dalam ekstrak jernih diukur dengan spektrometer serapan atom.

### 8.2. Alat alat

- Neraca analitik,
- Tabung vessel
- *Microwave digester*
- Tabung kimia volume 20 ml,
- Vortex mixer,
- Dilutor skala 10 ml/pipet ukur volume 10 ml,
- Dispenser skala 10 ml/pipet volume 1 ml,
- Spektrometer serapan atom.

### 8.3. Pereaksi

- $\text{HNO}_3$  pekat (65%) p.a.
- $\text{HClO}_4$  pekat (60%) p.a.
- Standard 0 (larutan  $\text{HClO}_4$  1%)  
Pipet 10 ml  $\text{HClO}_4$  pekat (60%) ke dalam labu ukur 1.000 ml yang telah berisi air bebas ion kira kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 1.000 ml.
- Standar pokok 1.000 ppm Pb (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Cd (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Co (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Cr (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Ni (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Mo (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Ag (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm As (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Se (Titrisol)
- Standar pokok 1.000 ppm Sn (Titrisol)  
(Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk logam berat Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok).



- Standar Campuran: (20 ppm Pb, 2 ppm Cd, 5 ppm Co, 10 ppm Ni, 20 ppm Cr)  
Pipet 20 ml standar pokok Pb, 2 ml standar pokok Cd, 5 ml standar pokok Co, 20 ml standar pokok Cr, dan 10 ml standar pokok Ni ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml lalu dikocok.
- Standar Campuran: (30 ppm Mo, 20 ppm As, 10 ppm Se)  
Pipet 30 ml standar pokok Mo, 20 ml standar pokok As, dan 10 ml standar pokok Ni ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml lalu dikocok.
- Deret Standar Campuran:  
Pipet masing – masing 0; 1; 2;4; 6 ;8 dan 10 ml larutan standar campuran ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing – masing 10; 9; 8; 6; 4 2 dan 0 ml larutan standar 0, kocok.
- Standar 5 ppm Ag:  
Pipet 2,5 ml standar pokok Ag ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian diencerkan dengan air bebas ion hingga 500 ml.
- Deret Standar Ag:  
Pipet masing–masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml standard 5 ppm Ag ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2; dan 0 ml standar 0, kocok
- Standar 50 ppm Sn  
Pipet 25 ml standar pokok Sn ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 500 ml.
- Deret Standar Sn:  
Pipet masing–masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standard 50 ppm Sn ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2; dan 0 ml standar 0, kocok

#### 8.4. Cara kerja

Ekstraksi menggunakan *digest block*

Ditimbang 0,5 g contoh pupuk organik <0,5 mm ke dalam tabung digest, ditambahkan 5 ml asam nitrat p.a dan 0,5 ml asam perklorat p.a, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100 °C selama 1 jam 30 menit, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 130 °C selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150 °C selama 2 jam 30 menit (sampai uap kuning habis, bila masih ada uap kuning waktu pemanasan ditambah lagi), setelah uap kuning habis suhu ditingkatkan menjadi 170 °C selama 1 jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 200 °C selama 1 jam (hingga terbentuk uap putih). Destruksi selesai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa larutan jernih sekitar 0,5 ml. Ekstrak didinginkan kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 50 ml, lalu dikocok hingga homogen, biarkan semalam.

Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup

Timbang teliti 0,5 g contoh pupuk organik <0,5 mm ke dalam digestion vessel, tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a predigester pada suhu ruangan, tutup vessel dan tempatkan

dalam microwave, atur power berdasarkan vessel yang digunakan. Naikkan suhu ke 200°C dalam waktu 15 menit. Panaskan pada microwave digester pada suhu 200°C selama 30 – 60 menit. Dinginkan dan encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

#### **Pengukuran unsur logam berat (Pb, Cd, Co, Cr, Ni, As, Sn, Ag, Se, Mo)**

Logam berat dari ekstrak contoh diukur langsung dengan SSA dengan deret standar sebagai pembanding.

### **8.5. Perhitungan**

Kadar unsur logam berat (ppm) =  
= ppm kurva x ml ekstrak/1.000 ml x 1.000 g/g contoh x fp x fk

Keterangan:

ppm kurva = Kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.  
fp = faktor pengenceran (bila ada)  
fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

### **DAFTAR ACUAN**

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.42. 2.6.35 Method 2006.03. AOAC International, Maryland, USA.  
AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.64. 2.6.38 Method 2017.02. AOAC International, Maryland, USA.  
SNI 19-7030-2004 Spesifikasi Kompos dari Sampah Organik Domestik  
SNI 19-7763-2018 Pupuk Organik Padat

## **9. Penetapan Raksa dengan SSA cara Uap Dingin**

### **9.1. Dasar penetapan**

Metode SSA Nyala yang biasa tidak cukup peka dalam mengukur Raksa (Hg). Metode SSA uap dingin dapat mengukur Hg hingga level ppb (*part per billion* = 10<sup>-9</sup>). Contoh diekstraksi dalam campuran asam pekat HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub>. Hg dalam analit direduksi dengan SnCl<sub>2</sub> dalam suasana asam yang langsung membentuk uap atom Hg, sehingga tidak perlu nyala (teknik uap dingin). Uap Hg dibawa oleh aliran gas inert (nitrogen atau argon) ke dalam sel kuarsa. Sinar dari lampu katode Hg yang melewati sel diabsorpsi oleh uap atom Hg dan diukur dengan SSA.

### **9.2. Alat alat**

- Neraca analitik,
- Digestion apparatus (Pemanas listrik/ block digester Kjeldahltherm),
- labu Kjeldahl,

- Tabung vessel
- *Microwave digester*
- Vortex mixer,
- Spektrometer serapan atom,
- Generator uap raksa,
- Tabung reaksi 20 ml,
- Labu ukur 1 l,
- Erlenmeyer 100 ml,
- Pipet 1-10 ml.

### 9.3 Perekasi

- HNO<sub>3</sub> pekat (65%) p.a.
- HClO<sub>4</sub> pekat (60%) p.a.
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (95-97%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi (DHL <1 µS cm<sup>-1</sup>)
- Standar pokok 1.000 ppm Hg (Titrisol)
- Standar 0 (larutan HClO<sub>4</sub> 1%)  
Pipet 10 ml HClO<sub>4</sub> pekat (60%) ke dalam labu ukur 1.000 ml yang telah berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 1.000 ml.
- Standar 1 ppm Hg:  
Pipet 1 ml standard pokok Hg ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Deret Standar Hg: 0; 25; 50; dan 100 ppb Hg  
Pipet masing-masing 0; 2,5; 5; dan 10 ml standar 1 ppm Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis. Larutan standar harus selalu segar.
- Larutan SnCl<sub>2</sub> 0,1% dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer  
Sebanyak 1 g SnCl<sub>2</sub> dilarutkan dengan H<sub>2</sub>O hingga sekitar 500 ml di dalam labu ukur 1 l. Ditambahkan perlahan 10 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p) sambil labu digoyangkan dan dijadikan 1 l dengan H<sub>2</sub>O,
- Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer  
Sebanyak 5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p) dimasukkan perlahan ke dalam labu ukur 1 l yang berisi sekitar 500 ml H<sub>2</sub>O, dijadikan 1 l dengan H<sub>2</sub>O dan kocok hingga homogen.

### 9.4. Cara kerja

Ekstraksi menggunakan *digest block*

Ditimbang 0,5 g contoh pupuk organik <0,5 mm ke dalam tabung digest, ditambahkan 5 ml asam nitrat p.a dan 0,5 ml asam perklorat p.a, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100 °C selama 1 jam 30 menit, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 130 °C selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150 °C selama 2 jam 30 menit (sampai uap kuning habis, bila masih ada uap kuning waktu pemanasan

ditambah lagi), setelah uap kuning habis suhu ditingkatkan menjadi 170 °C selama 1 jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 200 °C selama 1 jam (hingga terbentuk uap putih). Destruksi selesai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa larutan jernih sekitar 0,5 ml. Ekstrak didinginkan kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 50 ml, lalu dikocok hingga homogen, biarkan semalam.

Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup

Timbang teliti 0,5 g contoh pupuk organik <0,5 mm ke dalam digestion vessel, tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a predigester pada suhu ruangan, tutup vessel dan tempatkan dalam microwave, atur power berdasarkan vessel yang digunakan. Naikkan suhu ke 200°C dalam waktu 15 menit. Panaskan pada microwave digester pada suhu 200°C selama 30 – 60 menit. Dinginkan dan encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

Ekstrak jernih diukur dengan SSA yang dilengkapi Generator Uap pada Panjang gelombang 253,7 nm dengan deret standar Hg sebagai pembanding. Gas pembawa dialirkan, pereaksi SnCl<sub>2</sub> 0,1%, larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5%, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa penghisap masing-masing.

### 9.5. Perhitungan

Kadar Hg (ppb) = ppb kurva x ml ekstrak/1.000 ml x 1.000/g contoh x fp x fk

Keterangan:

ppb kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.  
fp = faktor pengenceran (bila ada)  
fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

## DAFTAR ACUAN

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.1. 2.1.01 Method 929.08. AOAC International, Maryland, USA.  
SNI 19-7763-2018 Spesifikasi Kompos dari Sampah Organik Domestik

## 10. Penetapan As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida

### 10.1. Dasar penetapan

Metode generasi uap meningkatkan kepekaan teknik spektrometer serapan atom untuk logam-logam yang membentuk hidrida (As, Bi, Sb, Se, Sn dan Te). Metode NaBH<sub>4</sub> mereaksikan unsur analit dalam larutan asam dengan natrium borohidrida membentuk gas hidrida. Uap hidrida dibawa oleh aliran gas inert (nitrogen atau argon) ke dalam tabung kuarsa yang dipanaskan sehingga terjadi dekomposisi. Sinar dari lampu katode yang diabsorpsi oleh atom analit ditetapkan seperti cara SSA yang biasa.

## 10.2. Alat alat

- Neraca analitik,
- Digestion apparatus (Pemanas listrik/ block digester Kjeldahltherm),
- labu Kjeldahl,
- Tabung vessel
- *Microwave digester*
- Vortex mixer,
- Spektrometer serapan atom,
- Generator hidrida,
- Labu ukur 1l,
- Pipet 1-10 ml,
- Tabung reaksi 30 ml.

## 10.3. Pereaksi

- HNO<sub>3</sub> pekat (65%) p.a.
- HClO<sub>4</sub> pekat (60%) p.a.
- HCl pekat (37%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi
- Larutan natrium borohidrida, NaBH<sub>4</sub>  
Larutkan 10 g NaBH<sub>4</sub> dan 4 g NaOH dalam labu ukur 1 l dengan air bebas ion, encerkan dan impitkan hingga tanda garis. Larutan ini harus selalu segar.
- Larutan HCl 2,4 N  
Encerkan 200 ml HCl(p) dalam labu ukur 1 l dengan air bebas ion dan impitkan hingga tanda garis.
- Larutan HCl 1,2 N  
Encerkan larutan HCl 2,4 N sebanyak dua kali.
- Pereaksi natrium iodida atau kalium iodida 2%  
Larutkan 20 g NaI (KI) dalam labu ukur 1 l dengan HCl 2,4 N, dan impitkan hingga tanda garis. Larutan harus selalu baru.
- Standar 0 (larutan HClO<sub>4</sub> 10%)  
Dipipet 10 ml HClO<sub>4</sub> pekat (60%) ke dalam labu ukur 100 ml yang telah berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Standar pokok 1.000 ppm As, Bi, Sb, Se, Sn, dan Te (Titrisol)  
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar logam berat Titrisol di dalam ampul masing-masing ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar Campuran 500 ppb As, Bi, Sb, Se, Sn, dan Te:  
Pipet 0,5 ml standar pokok As, Bi, Sb, Se, Sn, dan Te ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.

- Deret Standar Campuran 0; 10; 20; 30; 40 dan 50 ppb As, Bi, Sb, Se, Sn, dan Te:  
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 3; 4; dan 5 ml Standar Campuran 500 ppb ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis. Larutan deret standar harus selalu baru.

#### **Pereaksi Pengukuran Selenium**

- Larutan Na-borohidrat 1%  
Timbang 0,4 gram NaOH p.a. dan 1 gram NaBH<sub>4</sub> p.a. dalam 100 ml air bebas ion. Pereaksi Na-borohidrat harus dibuat fresh.
- Larutan HCl 1 N  
Pipet 8,33 HCl pekat dan dilarutkan dengan air bebas ion hingga 100 ml.
- Standar pokok 1000 ppm Se
- Standar 100 ppm Se  
Pipet 10 ml standar pokok 1000 ppm Se diencerkan dengan air bebas ion hingga 100 ml, lalu dikocok.
- Standar 10 ppm Se  
Pipet 10 ml standar 100 ppm Se diencerkan dengan air bebas ion hingga 100 ml, lalu dikocok.
- Standar 1 ppm Se  
Pipet 10 ml standar 10 ppm Se diencerkan dengan air bebas ion hingga 100 ml, lalu dikocok.
- Deret standar 0-15 ppb Se  
Pipet masing-masing 0; 50; 100 dan 150 µl larutan standar 1 ppm Se ke dalam tabung reaksi 30 ml, kemudian tambahkan masing-masing 5000; 4950; 4900 dan 4850 µl air bebas ion. Tambahkan 4 ml HCl pekat dan ditambahkan air bebas ion hingga 20 ml lalu kocok.  
Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10 dan 15 ppb

#### **Pereaksi Pengukuran Arsen**

- HCl pekat (37%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi
- Larutan natrium borohidrida, NaBH<sub>4</sub> 1%
- Larutkan 10 g NaBH<sub>4</sub> dan 4 g NaOH dalam labu ukur 1 l dengan air bebas ion, encerkan dan impitkan hingga tanda garis. Larutan ini harus selalu segar.
- Larutan HCl 1 N
- Encerkan 100 ml HCl(pa) dalam gelas piala, tambahkan air bebas ion 1100 ml. Larutan ini harus selalu baru.
- Pereaksi natrium iodida atau kalium iodida 20%
- Larutkan 20 g NaI (KI) dalam labu ukur 100 ml dengan air bebas ion dan impitkan hingga tanda garis. Larutan harus selalu baru.
- Pereaksi ascorbic acid 10%
- Larutkan 10 ascorbic acid dalam labu ukur 100 ml dengan air bebas ion dan impitkan hingga tanda garis. Larutan harus selalu baru.

- Standar Arsen (100 ppm)
- Pipet 10 ml standar pokok As ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar Arsen (10 ppm)
- Pipet 10 ml standar As 100 ppm ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar Arsen (1 ppm)
- Pipet 10 ml standar As 10 ppm ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.

#### 10.4. Cara kerja

Ekstraksi menggunakan *digest block*

Ditimbang 0,5 g contoh pupuk organik <0,5 mm ke dalam tabung digest, ditambahkan 5 ml asam nitrat p.a dan 0,5 ml asam perklorat p.a, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100 °C selama 1 jam 30 menit, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 130°C selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150°C selama 2 jam 30 menit (sampai uap kuning habis, bila masih ada uap kuning waktu pemanasan ditambah lagi), setelah uap kuning habis suhu ditingkatkan menjadi 170 °C selama 1 jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 200°C selama 1 jam (hingga terbentuk uap putih). Destruksi selesai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa larutan jernih sekitar 0,5 ml. Ekstrak didinginkan kemudian diencerkan dengan air bebas ion menjadi 50 ml, lalu dikocok hingga homogen, biarkan semalam.

Ekstraksi menggunakan microwave digester/sistem destruksi tertutup

Timbang teliti 0,5 g contoh pupuk organik <0,5 mm ke dalam digestion vessel, tambahkan 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a predigester pada suhu ruangan, tutup vessel dan tempatkan dalam microwave, atur power berdasarkan vessel yang digunakan. Naikkan suhu ke 200°C dalam waktu 15 menit. Panaskan pada microwave digester pada suhu 200°C selama 30 – 60 menit. Dinginkan dan encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

**Pengukuran unsur logam berat As, Bi, Sb, Se, Sn dan Te**

**Pengukuran unsur logam berat Se.**

Dituangkan sekitar 10 ml contoh jernih ke dalam tabung kimia. Tambahkan 4 ml HCl pekat dan 6 ml air bebas ion. Alirkan gas pembawa dan masukkan pereaksi serta deret standar/sampel ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing. Ukur Se dengan AAS menggunakan deret standar sebagai pembanding pada panjang gelombang 196 nm.

**Pengukuran unsur logam berat As.**

Preparasi Deret standar As 0; 1; 2; 5 ppb. Dipipet masing-masing 0; 10; 20; 50 µL larutan standar As 1 ppm ke dalam tabung reaksi 30 ml. Ditambahkan 2 ml KI 20%, 0,4 ml ascorbic acid 10% dan 3 ml HCl (p.a). Kemudian ditambahkan air bebas ion sampai total volume 20 ml. Aduk dan biarkan selama 30 menit sebelum diukur.

Preparasi contoh untuk pengukuran As. Dipipet ekstrak jernih dan blanko 10 ml ke dalam tabung reaksi 30 ml. Ditambahkan 2 ml KI 20%, 0,4 ml ascorbic acid 10% dan 3 ml HCl (p.a). Kemudian ditambahkan air bebas ion sampai total volume 20 ml. Aduk dan biarkan selama 30 menit sebelum diukur.

Gas pembawa dialirkan, pereaksi Na-borohidrida, larutan HCl 1 N, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing. Ukur As dengan AAS menggunakan deret standar sebagai pembanding pada panjang gelombang 193,7 nm.

Logam berat lainnya dapat diukur langsung. Ukur larutan deret standar campuran, ekstrak contoh dan blanko menggunakan SSA yang dilengkapi dengan sistem Hidrida.

### 10.5. Perhitungan

Kadar logam berat (ppb)

$$= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 / \text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

Keterangan:

ppb kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko.

fp = faktor pengenceran (bila ada)

fk = faktor koreksi kadar air =  $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

### DAFTAR ACUAN

AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.64. 2.6.38 Method 2017.02. AOAC International, Maryland, USA.

SNI 19-7763-2018 Pupuk Organik Padat

SNI 19-7030-2004 Spesifikasi Kompos dari Sampah Organik Domestik

## 11. Penetapan Kapasitas Tukar Kation Dengan Cara Destilasi

### 11.1. Dasar penetapan

Kapasitas tukar kation (KTK) pupuk organik dapat ditetapkan dengan cara perkolasi. Contoh dijenuhkan dengan larutan amonium asetat 1 M pH 7,0 dan sisa amonium asetat dibilas dengan etanol. Amonium yang terjerap contoh digantikan oleh natrium dari larutan NaCl 10 %. Kadar amonium dalam perkolat ditetapkan dengan cara destilasi.

### 11.2. Alat-alat

- Neraca analitik
- Tabung perkolasi
- Labu takar volume 100 ml
- Labu takar volume 50 ml
- Pasir kwarsa



- Filter pulp
- Pipet volume 10 ml
- Piala gelas volume 50 ml
- Erlenmeyer volume 100 ml
- Unit destilator

### 11.3. Pereaksi

- Larutan NH<sub>4</sub>-asetat pH 7  
Timbang 78,1 g CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> pa., masukkan ke dalam 1 l air bebas ion
- Larutan NaCl 10%  
Timbang 100 g NaCl pa., masukkan ke dalam 1 l air bebas ion
- Etanol 96%
- Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,05 N
- Larutan NaOH 40%  
Timbang 400 g NaOH masukkan ke dalam 1 l air bebas ion
- Indikator Conway  
Timbang 0,15 g BCG + 0,10 g MM masukkan ke dalam 100 ml etanol 96%

### 11.4. Cara kerja

Timbang teliti 2,5 g contoh pupuk, masukan ke dalam piala gelas volume 50 ml. Tambahkan 5 – 7,5 g pasir kwarsa, aduk-aduk sampai homogen. Siapkan tabung perkolasi dengan menutup dasar tabung menggunakan filter pulp, kemudian masukan sekitar 5 g pasir kuarsa. Selanjutnya, berturut-turut masukan campuran contoh pupuk dengan pasir kuarsa dan sekitar 5 g pasir kuarsa ke dalam tabung perkolasi yang telah disiapkan. Ratakan ketebalan setiap material yang digunakan dalam tabung perkolasi. Perkolasi dengan 2 x 25 ml larutan amonium asetat pH 7 (perkolat dibuang).

Contoh dan pasir dalam tabung perkolasi dicuci dengan 100 ml etanol. Diperkolasi kembali dengan 50 ml larutan NaCl 10%, dan perkolat ditampung dalam labu takar volume 50 ml untuk penetapan KTK. Pipet 20 ml perkolat ke dalam labu didih destilator tambahkan 80 ml air bebas ion, sedikit parafin cair dan batu didih. Siapkan penampung destilat yaitu 10 ml asam borat 1% dalam erlenmeyer yang dibubuhi 3 tetes indikator Conway. Destilasikan dengan menambahkan 10 ml larutan NaOH 40%. Destilasi diakhiri bila volume destilat sudah mencapai 75 ml. Destilat dititrasi dengan larutan standar H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,05 N hingga warna larutan tepat berubah dari hijau ke merah jambu. Penetapan blanko dikerjakan.

### 11.5. Perhitungan

KTK (cmol+ kg<sup>-1</sup>)

$$\begin{aligned}
 &= (V_c - V_b) \times N/10 \times \text{ml perkolat/ml perkolat dipipet} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N/10 \times 50 \text{ ml}/20 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N/10 \times 50/20 \times 1.000/2,5 \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \times 100 \times \text{fp} \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

- Vc = ml titran untuk contoh  
Vb = ml titran untuk blanko  
N = normalitas H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
10 = konversi mmol ke cmol  
Fp = faktor pengenceran (bila ada)  
fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

## DAFTAR ACUAN

- AOAC INTERNATIONAL. 2019. Official Methods of Analysis. 21<sup>st</sup> Edition. Volume 1. Chapter 2 p.12. 2.4.01 Method 920.01. AOAC International, Maryland, USA.
- Sudjadi, M., I.M. Widjik S. dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71. Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.
- USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4,0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.

## 12. Penetapan Karbon Asam Humat dan Asam Fulvat Pupuk Organik Padat

### 12.1. Dasar penetapan

Bahan organik dalam pupuk diekstrak dengan campuran larutan basa kuat dengan natrium pirofosfat. Asam humat dan asam fulfat larut dalam ekstrak, sedangkan humin tidak larut. Asam humat dipisahkan dari asam fulfat dengan pengendapan pada pH 2.

### 12.2. Alat-alat

- Botol kocok
- Labu 1.000 ml
- Pipet 25 ml
- Pipet 5 ml
- Kertas saring whatman no. 91
- Labu ukur 100 ml
- Hot plate
- Mesin kocok
- Spektrofotometer

### 12.3. Pereaksi

- NaOH hablur
- Natrium pirophosfat 4% + NaOH 0,1N  
Ditimbang 40,00 g natrium pyrophosfat Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>.10H<sub>2</sub>O dengan air bebas ion yang telah dipanaskan ditambahkan 4,00 g NaOH GR lalu diimpitkan sampai dengan 1 l.
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 95-97% G.R.
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5 N

- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,01 N
- Larutan K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 1 N  
Masukkan 100 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p) ke dalam sekitar 600 ml air bebas ion dalam gelas ukur 1 l, ditambahkan 98,10 g kalium dikromat, aduk hingga sempurna. Setelah dingin diimpitkan sampai dengan 1 l dengan H<sub>2</sub>O.
- Larutan standar 5.000 ppm C  
Larutkan 12,510 g glukosa p.a. dengan H<sub>2</sub>O di dalam labu ukur 1 l dan diimpitkan sampai dengan tanda tera.

#### 12.4. Cara kerja

Timbang 1,000 g contoh (<2 mm) ke dalam botol kocok diekstrak dengan 25 ml larutan (natrium pirofosfat + NaOH 0,1 N, kocok dengan mesin kocok selama 30 menit dan diamkan semalam. Keesokan harinya ekstrak disaring dengan kertas saring untuk memisahkan humin dengan asam humat dan asam fulvat.

##### *Total asam humat dan fulvat*

Filtrat dari hasil penyaringan dipipet 1 ml (1 g) ke dalam labu ukur 100 ml. Ditambah 5 ml K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 1N, lalu diaduk. Ditambahkan 7,5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p), diaduk lalu didiamkan hingga dingin, dilarutkan dengan air bebas ion kurang lebih 50 ml lalu aduk dan diamkan hingga dingin. Impitkan hingga tanda tera, kocok. Keesokan harinya kadar asam humat dan fulvat diukur absorbansi dengan Spektrofotometer pada panjang gelombang 561 nm, dengan menggunakan deret standar glukosa 0-250 ppm.

##### *Asam humat*

Filtrat dari hasil penyaringan ditimbang 1 g ke dalam piala 50 ml. Ditambah 10 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5N, kemudian dibiarkan semalam (terbentuk seperti gel atau endapan). Keesokan harinya ekstrak disaring dengan kertas saring yang telah dibasahi larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,01 N. Endapan disaring dan dibilas dengan 20 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,01N dan cairan dibuang. Endapan pada kertas saring dilarutkan hingga habis dengan menambahkan NaOH 0,1 N (70-80 °C) secara perlahan dan filtrat ditampung ke dalam labu ukur 100 ml. Jika hasil filtrat >10 ml dipanaskan hingga 5-10 ml. Tambahkan 5 ml larutan K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, aduk dan tambahkan 7,5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p). Aduk kembali dan biarkan hingga dingin. dilarutkan dengan air suling kurang lebih 50 ml lalu aduk dan biarkan hingga dingin. Impitkan hingga tanda tera, kocok. Di ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 561 nm (panjang gelombang maksimum), dengan menggunakan deret standar glukosa 0 – 250 ppm.

#### 12.5. Perhitungan

##### a. Kadar C-humat dan fulfat (% C)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/1000 \times 25/1 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 0,25 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

##### b. Kadar C-asam humat (%C)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/1000 \times 25/1 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 0,25 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

- c. Kadar Asam fulvat (% C) = a - b.  
 d. Kadar Asam humat + fulvat (%) = (kadar C-humat + fulvat) x 1.79  
 e. Kadar Asam humat (%) = kadar C-humat x 1.79  
 f. Kadar Asam fulvat (%) = d - e

Keterangan:

- ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.  
 101 = konversi ke %  
 fp = faktor pengenceran  
 fk = faktor koreksi kadar air =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$   
 1.79 = konversi C-humat, C-fulvat ke bentuk Asam humat atau Asam fulvat

### DAFTAR ACUAN

- Graham, E.R. 1948. Determination of Soil Organic Matter by Means of A Photoelectric Colorimeter. *Soil Sci.* 65: 181 - 183.  
 Shnitzer, M. 1984. Organic Matter Characterization. P. 581-594. *In* Page, A.L., R.H. Miller, D.R. Keeney (Eds.). *Methods of Soil Analysis. Part 2, Chemical and Microbiological Properties.* 2<sup>nd</sup> ed. American Society of Agronomy, Inc., Soil Science Society of America, Inc. Madison, Wisconsin USA.  
 Stevenson, F.J., 1994, "*Humus Chemistry : Genesis, Composition, Reactions*", John Wiley & Sons Inc., New York.

## 13. Penetapan Karbon Asam Humat dan Asam Fulvat Pupuk Organik Cair

### 13.1. Dasar penetapan

Asam humat dipisahkan dari Asam fulfat dengan pengendapan pada pH 2.

### 13.2. Alat-alat

- Botol Kocok
- Labu 1.000 ml
- Pipet 25 ml
- Pipet 5 ml
- Kertas saring Whatman no. 91
- Labu ukur 100 ml
- Hot plate
- Mesin kocok
- Spektrofotometer

### 13.3. Pereaksi

- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5 N
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,01 N

- Larutan  $K_2Cr_2O_7$  2 N  
Masukkan 100 ml  $H_2SO_4$  (p) ke dalam sekitar 600 ml air bebas ion dalam gelas ukur 1 l, ditambahkan 98,10 g kalium dikromat, aduk hingga sempurna. Setelah dingin diimpitkan sampai dengan 1 l dengan  $H_2O$ .
- Larutan standar 5.000 ppm C  
Larutkan 12,510 g glukosa p.a. dengan  $H_2O$  di dalam labu ukur 1 l dan diimpitkan sampai dengan tanda tera.

### 13.4. Cara kerja

#### *Total asam humat dan fulvat*

Contoh dipipet 5 ml dan ditimbang teliti hingga 3 desimal dalam labu ukur 100 ml (untuk pupuk kadar maksimum 1%, jika kadar lebih tinggi dari 1%, maka contoh diencerkan terlebih dahulu). Ditambah 5 ml  $K_2Cr_2O_7$  2N, lalu diaduk. Ditambahkan 7,5 ml  $H_2SO_4$  (p), diaduk lalu didiamkan hingga dingin, dilarutkan dengan air bebas ion kurang lebih 50 ml lalu aduk dan diamkan hingga dingin. Impitkan hingga tanda tera, kocok. Keesokan harinya kadar Asam humat dan fulvat diukur absorbansi dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 561 nm, dengan menggunakan deret standar glukosa 0-250 ppm.

#### *Asam humat*

Dipipet atau ditimbang 0,2–5 ml atau g ke dalam piala 50 ml (jika kadar asam humat tinggi, contoh diencerkan terlebih dahulu). Ditambah 1 ml  $H_2SO_4$  5N, kemudian dibiarkan semalam (terbentuk seperti gel atau endapan). Keesokan harinya ekstrak disaring dengan kertas saring yang telah dibasahi larutan  $H_2SO_4$  0,01 N. Endapan disaring dan dibilas dengan 20 ml  $H_2SO_4$  0,01N dan cairan dibuang. Endapan pada kertas saring dilarutkan hingga habis dengan menambahkan NaOH 0,1 N (70-80 °C) secara perlahan dan filtrat ditampung ke dalam labu ukur 100 ml. Jika hasil filtrat > 10 ml dipanaskan hingga 5-10 ml. Tambahkan 5 ml larutan  $K_2Cr_2O_7$ , 2N aduk dan tambahkan 7,5 ml  $H_2SO_4$  (p). Aduk kembali dan biarkan hingga dingin. Dilarutkan dengan air suling kurang lebih 50 ml lalu aduk dan biarkan hingga dingin. Impitkan hingga tanda tera, kocok. Di ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 561 nm (panjang gelombang maksimum), dengan menggunakan deret standar glukosa 0 – 250 ppm.

### 13.5. Perhitungan

a. Kadar C-humat dan fulfat (% C)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1000 \text{ ml} \times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 100 / 1.000 \times 100 / 1000 \times 25 / 5 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 0,25 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

b. Kadar C-asam humat (%C)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1000 \text{ ml} \times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 100 / 1.000 \times 100 / 1000 \times 25 / (0,2 \text{ s.d } 5) \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

c. Kadar Asam fulvat (% C) = a - b.

d. Kadar Asam humat + fulvat (%) = (kadar C-humat + fulvat) x 1.79

e. Kadar Asam humat (%) = kadar C-humat x 1.79

f. Kadar Asam fulvat (%) = d - e

Keterangan:

- ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.  
100 = konversi ke %  
fp = faktor pengenceran  
fk = faktor koreksi kadar air =  $100/(100 - \% \text{ kadar air})$   
1.79 = konversi C-humat, C-fulvat ke bentuk asam humat atau asam fulvat

**DAFTAR ACUAN**

- Graham, E.R. 1948. Determination of Soil Organic Matter by Means of a Photoelectric Colorimeter. *Soil Sci.* 65: 181 - 183.
- Shnitzer, M. 1984. Organic Matter Characterization. P. 581-594. *In* Page, A.L., R.H. Miller, D.R. Keeney (Eds.). *Methods of Soil Analysis. Part 2, Chemical and Microbiological Properties.* 2<sup>nd</sup> ed. American Society of Agronomy, Inc., Soil Science Society of America, Inc. Madison, Wisconsin USA.
- Stevenson, F.J., 1994, "*Humus Chemistry: Genesis, Composition, Reactions*", John Wiley & Sons Inc., New York.
- ACIAR, 1990. Laboratory Techniques for Plant and Soil Analysis. *in* Lisle, L., J. Gaudron, and R. Lefroy. UNE-ACIAR- Crawford Fund. Department of Agronomy and Soil Science, University of New England, Armidale, Australia. and Australian Centre For International Agricultural Research. P. 149.
- Alloway, B. J.1995. Heavy Metal in Soils Second Edition. Blackie Academic and Professional.
- American Public Health Association. 1998. Standard Methods for The Examination of Water & Wastewater. P. 3.56 & 4.178. *In* Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (Eds.). Apha, Awwa, Wef, Maryland, USA. 20 th edition.
- American Society of Agronomy and Soil Science Society of America. 1982. *Methods of Soil Analysis, 2nd ed., Part 2.* *In* Page, A.L., R.H. Miller, and D.R. Keeney (Eds.). *Chemical and Microbiological Properties.* Madison, Wisconsin, USA. P. 1159.
- Association of Official Agriculture Chemists. 2002. Official Methods of Analysis of AOAC International. Volume 1. P. 2.5-2.37. *In* Horwitz, W. (Ed.). *Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs.* AOAC International, Maryland, USA. 17th Ed.
- Black, C.A. 1965. *Methods of Soil Analysis, Part 2, Agronomy 9.* American Society of Agronomy, Madison, Wis.
- Blackmore, L.C., P.L. Searle, and B.K. Daly. 1981. *Methods for Chemicals Analysis of Soils.* N.Z. Soil Bureau Sci.Rep.10a. Soil Bureau, Lower Hutt. New Zealand.
- Bouyoucos, C.J. 1962. Hydrometer Method Improved for Making Particle Size Analysis of Soils. *Agronomy Journal* 54 : 464 - 465.
- Bray, R.H. And L.T. Kurtz. 1945. Determination of Total Organic and Available Forms of Phosphorus in Soils. *Soil Sci.* 59 : 39 - 45.

- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of Reference Methode for Soil Testing (*revised edition*).
- Fox, R.L. and E.J. Kamprath. 1970. Phosphate Sorption Isotherms for Evaluating the Phosphate Requirement of Soils. *Soil Sci. Soc. Am. Pro.* 34: 902-907.
- Graham, E.R. 1948. Determination of Soil Organik Mater by Means of a Photoelectric Colorimeter. *Soil Sci.* 65: 181 - 183.
- Hajek, B.F., F. Adams, and J.T. Cope. 1972. Rapid Determination of Exchangeable Bases, Acidity and Cation Exchange Capacity. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 36 : 436 - 438.
- Hesse, P.R. 1971. A Textbook of Soil Chemical Analysis. Chemical Publishing Co., Inc. New York.
- Houba, V.J.G., I. Novozamsky dan E. Temminghof. 1994. Soil and Plant Analysis, Part 5A. Soil Analysis Procedures, Extraction with 0,01 M CaCl<sub>2</sub>. Department of Soil Science and Plant Nutrition. Wageningen Agricultural University, The Netherlands. P. 66.
- ISRIC, 1993. Procedures for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (*Ed.*) Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands. 4th ed. p.100.
- Jackson, M.L. 1958. Soil Chemical Analysis. Prentice-Hall, Inc., Englewood Cliffs, N.J.
- Jones Jr., J.B. 1984. Laboratory Guide of Exercises in Conducting Soil Tests and Plant Analysis. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia.
- Konsten, C.J.M. and M. Sarwani. 1990. Actual and Potential Acidity and Related Chemical Characteristics of Acid Sulphate Soils in Pulau Petak, Kalimantan. P.30-50. *In* Papers Workshop on Acid Sulphate Soils in The Humid Tropics. AARD & LAWOO. Bogor, Indonesia.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, a Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water. FAO/UNDP Project.
- Olsen, S.R., C.V. Cole, F.S. Watanabe, and L.A. Dean. 1954. Estimation of Available P in Soils by Extraction with Sodium bicarbonate. USDA cir. No 939.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods. Australian Soil and Land Survey Handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney. P. 330.
- Shnitzer, M. 1984. Organic Matter Characterization. P. 581-594. *In* Page, A.L., R.H. Miller, D.R. Keeney (*Eds.*) Methods of Soil Analysis. Part 2, Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. American Society of Agronomy, Inc., Soil Science Society of America, Inc. Madison, Wisconsin USA.
- Sudjadi M, dan Widjik I. M, 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.
- Sudjadi, M., I.M. Widjik S. dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71. Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.

- USDA. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. p.167-365, 616-643. *In* Burt, R. (Ed.). Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4,0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.
- Walsh, L.M. and J.D. Beaton. 1973. Soil Testing and Plant Analysis Edition. Soil Sci.Soc.Am., Madison,Wisconsin.
- Watanabe, F.S. and R. Olsen. 1965. Test of an Ascorbic Acid Methods for Determination of Phosphorus in Water and  $\text{NaHCO}_3$  Extracts from Soil. Soil Sci.Am.Proc.29 : 677 - 678.
- Yu Tian-Ren.1985. Physical Chemistry of Paddy Soils. Science Press, Beijing. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg. P. 217.
- Vanek, S., Fonte, S., & Magonziwa, B. (2018). Soil Health Evaluation Manual Soils Cross Cutting Project East/Southern Africa Community of Practice (Version 6.2). Mcknight Foundation. [https://Smallholdersha.Files.Wordpress.Com/2018/07/Soiltoolkitmanual\\_Sv6-2.Pdf](https://Smallholdersha.Files.Wordpress.Com/2018/07/Soiltoolkitmanual_Sv6-2.Pdf)



**Lampiran 1. Kondisi alat untuk pengukuran unsur-unsur  
SSA Agilent 200**

Measurement	<b>Ca</b>	<b>Mg</b>	
Wavelength (nm)	: 422,7 nm	285,2 nm	
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene	
Acetylene flow	: 2,0 l/min	2,0 l/min	
Air flow	: 13,5 l/min	13,5 l/min	
Detection Limit	: 0,08 ppm	0,03 ppm	
Measurement (emision)	<b>K</b>	<b>Na</b>	
Wavelength (nm)	: 766,5 nm	589,0 nm	
Flame type	: Air+Acetylene	Air+ Acetylene	
Acetylene flow	: 2,0 l/min	2,0 l/min	
Air flow	: 13,5 l/min	13,5 l/min	
Detection Limit	: 0,01 ppm	0,05 ppm	
Measurement	<b>Fe</b>	<b>Al</b>	<b>Mn</b>
Wavelength (nm)	: 248,3 nm	309,3 nm	279,6 nm
Flame type	: Air+Acetylene	N <sub>2</sub> O+Acetylene	Air+Acetylene
Acetylene flow	: 2,0 l/min	11,0 l/min	2,0 l/min
Air flow	: 13,5 l/min	6,95 l/min	13,5 l/min
Detection Limit	: 0,05 ppm	0,02 ppm	0,03 ppm
Measurement	<b>Cu</b>	<b>Zn</b>	
Wavelength (nm)	: 324,8 nm	213,9 nm	
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene	
Acetylene flow	: 2,0 l/min	2,0 l/min	
Air flow	: 13,5 l/min	13,5 l/min	
Detection Limit	: __ ppm	__ ppm	
Measurement	<b>Pb</b>	<b>Cd</b>	<b>Co</b>
Wavelength (nm)	: 283,3 nm	228,8 nm	240,7 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene	Air+Acetylene
Acetylene flow	: 2,0 l/min	2,0 l/min	2,0 l/min
Air flow	: 13,5 l/min	13,5 l/min	13,5 l/min
Detection Limit	: 0,1 ppm	0,02 ppm	0,05 ppm
Measurement	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Mo</b>
Wavelength (nm)	: 359,3 nm	232,0 nm	313,3 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene	N <sub>2</sub> O+Acetylene
Acetylene flow	: 2,0 l/min	2,0 l/min	11,0 l/min
Air flow	: 13,5 l/min	13,5 l/min	6,95 l/min
Detection Limit	: 0,05 ppm	0,03 ppm	0,7 ppm

Measurement	<b>Ag</b>	<b>Sn</b>	<b>Si</b>
Wavelength (nm)	: 328,1 nm	224,6 nm	251,6 nm
Flame type	: Air+Acetylene	N <sub>2</sub> O+Acetylene	N <sub>2</sub> O+Acetylene
Acetylene flow	: 2,0 l/min	11,0 l/min	11,0 l/min
Air flow	: 13,5 l/min	6,95 l/min	6,95 l/min
Detection Limit	: 0,3 ppm	0,3 ppm	0,4 ppm

#### **SSA Hitachi ZA-3000**

Measurement	<b>Ca</b>	<b>Mg</b>
Wavelength (nm)	: 422,7 nm	285,2 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 2,2 l/min	2,0 l/min
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa
Detection Limit	: 0,07 ppm	0,01ppm

Measurement (emision)	<b>K</b>	<b>Na</b>
Wavelength (nm)	: 766,5 nm	589,0 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+ Acetylene
Fuel flow	: 2,2 l/min	2,0 l/min
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa
Detection Limit	: 0,05 ppm	0,02 ppm

Measurement	<b>Fe</b>	<b>Mn</b>
Wavelength (nm)	: 248,3 nm	279,6 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 1,8 l/min	2,0 l/min
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa
Detection Limit	: 0,05 ppm	0,03 ppm

Measurement	<b>Cu</b>	<b>Zn</b>
Wavelength (nm)	: 324,8 nm	213,9 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 2,0 l/min	1,8 l/min
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa
Detection Limit	: 0,05 ppm	0,03 ppm

Measurement	<b>Pb</b>	<b>Cd</b>	<b>Co</b>
Wavelength (nm)	: 283,3 nm	228,8 nm	240,7 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 2,0 l/min	1,8 l/min	2,0 l/min
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa	160 kPa
Detection Limit	: 0,07 ppm	0,02 ppm	0,05 ppm

Measurement	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>
Wavelength (nm)	: 359,3 nm	232,0 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 2,5 l/min	1,8 l/min
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa
Detection Limit	: 0,05 ppm	0,05 ppm

*Sistem Uap Dingin*

Measurement	<b>Hg</b>
Wavelength (nm)	: 253,7 nm
Carrier gas	: Argon/500 kPa
Fuel flow	: 1,0 l/min
Oxidant	: 160 kPa
Detection Limit	: 1,22 ppb

*Sistem Hidrida (Uap Panas)*

Measurement	<b>As</b>	<b>Se</b>
Wavelength (nm)	: 193,7 nm	196 nm
Flame type	: Air+C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Air+C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
Gas flow	: 1,2 l/min	1,2 l/min
Carrier Gas	: Argon/500 kPa	Argon/500 kPa
Oxidant	: 15 l/min (160 kPa)	15 l/min(160 kPa)
Detection Limit	: 0,10 ppb	0,50 ppb

**Spectrophotometer Hitachi UH5300**

Measurement	<b>NO<sub>3</sub></b>	<b>B</b>
Wavelength (nm)	: 392,4 nm	430 nm
Detection Limit	: 0,1 ppm	0,01 ppm

**Measurement S P (dengan pereaksi amonium molibdat dan vanadat)**

Wavelength (nm)	: 494 nm	466 nm
Detection Limit	: 0,2 ppm	0,1 ppm

Measurement	<b>C-Organik</b>	<b>Biuret</b>
Wavelength (nm)	: 587 nm	555 nm
Detection Limit	: 0,5 ppm	0,2 ppm

**Measurement P (dengan pereaksi asam askorbin)**

Wavelength (nm)	: 889 nm
Detection Limit	: 0,07 ppm

Lampiran 2. Pedoman penyajian laporan hasil analisis

No.	Parameter	Satuan	Desimal
	<i>Tanah</i>		
1.	Kadar air	%	2
2.	pH	-	1
3.	Kebutuhan kapur	kw/ha	2
4.	Kemasaman dapat tukar	cmol(+)/kg	2
5.	Tekstur	%	0
6.	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (HCl 25%)	mg/100g	0
7.	K <sub>2</sub> O (HCl 25%)	mg/100g	0
8.	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (Olsen)	ppm	2
9.	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (Bray1)	ppm	2
10.	Basa basa tukar (K, Na, Ca, Mg)	cmol(+)/kg	2
11.	Kapasitas tukar kation	cmol(+)/kg	2
12.	Kejenuhan basa	%	0
13.	DTPA (Fe, Mn, Cu, Zn)	ppm	1
14.	C-organik	%	2
15.	N-total atau N-Kjeldahl	%	2
	<i>Tanah khusus dan uji tanah</i>		
1.	pH NaF		1
2.	Gypsum	%	2
3.	Daya hantar listrik (salinitas)	dS/m	3
4.	Kemasaman dapat diekstrak	cmol(+)/kg	2
5.	Erapan Fosfat	(µg P/g tanah	2
6.	Retensi P	%	2
7.	Fraksionasi Fosfor Anorganik	ppm	2
8.	Besi, Aluminium dan Mangan Ekstrak Dithionit-Sitrat	%	2
9.	Besi, Aluminium dan Silikon Ekstrak Amonium Oksalat	%	2
10.	Besi, Aluminium dan Silikon Ekstrak Natrium Pirofosfat	%	2
11.	Karbonat		
12.	Hara Makro dan Mikro Ekstrak Morgan-Wolf Unsur Makro dan Mikro Total Cara	ppm	2
13.	Pengabuan Basah dengan Campuran HNO <sub>3</sub> dan HClO <sub>4</sub>	%/ppm	2
14.	Total logam berat	ppm/ppb	2
15.	Raksa dengan SSA Cara Uap Dingin	ppb	2
16.	Logam As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida	ppb	2
17.		ppm	2

18.	Ketersediaan Fe, Mn, Cu, dan Zn Ekstrak DTPA	-	0
19.	Tekstur 10 Fraksi Metode Pipet	cmol(+)/kg	2
20.	Kemasaman total tanah	kg	2
21.	Kebutuhan kapur	%	2
22.	Karbon Asam Humat dan Asam Fulvat	ppm	2
23.	Fosfor Ekstrak CaCl <sub>2</sub> 0,01 M	(mV)	2
24.	Belerang Ekstrak Ca(H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ,	%	
25.	Potensial Redoks (E <sub>H</sub> ) tanah	%	2
26.	Kadar Serat Gambut	%	2
27.	Kadar Abu		2
	Kadar Silikat Kasar dan Silikat Total		
<i>Tanaman</i>			
1.	Kadar air	%	2
2.	N-total atau N-Kjeldahl	%	2
3.	Unsur hara makro total dengan HNO <sub>3</sub> dan HClO <sub>4</sub>	%	2
4.	Unsur hara mikro total dengan HNO <sub>3</sub> dan HClO <sub>4</sub>	ppm	0
5.	Unsur Hara Makro dengan H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> dan H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	%	2
6.	Logam berat total dengan HNO <sub>3</sub> dan HClO <sub>4</sub>		
7.	Raksa dengan SSA Cara Uap Dingin	ppm/ppb	2
8.	As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida	ppb	2
9.	Kadar abu	ppb	2
10.	Kadar Silikat Total	%	2
<i>Air</i>			
1.	Kadar lumpur	mg/l	0
2.	Daya hantar listrik	dS/m	3
3.	pH	-	1
4.	Unsur makro (K, Na, Ca, Mg) Metode SSA	m e/l	2
5.	Unsur mikro (Fe, Mn, Cu, Zn) Metode SSA	m e/l	2
6.	Ammonium Metode Biru Indofenol	m e/l	2
7.	Fosfat Metode Biru Molibdat	m e/l	2
8.	Karbonat & bikarbonat Metode Asidimetri	m e/l	2
9.	Klorida Metode Argentometri	m e/l	2
10.	Sulfat Metode Turbidimetri	m e/l	2
11.	Nitrat Metode Brusin	m e/l	2
12.	Nitrat Metode UV	mg/l	2
13.	Boron Metode Azometin	ppm/ppb	1/0
14.	Logam berat total Metode SSA	ppm	
15.	Raksa dengan SSA cara Uap Dingin	ppb	
16.	Sn, Sb, dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida	ppb	
<i>Pupuk anorganik</i>			

1.	Kadar air	%	2
2.	Nitrogen total	%	2
3.	N-NH <sub>4</sub>	%	2
4.	N-NO <sub>3</sub>	%	2
5.	N-organik	%	2
6.	P dan K total	%	2
7.	P dan K larut asam nitrat	%	2
8.	P dan K larut air	%	2
9.	Total Fe, Al, Ca, Mg	% / ppm	2/0
10.	Besar butir	%	2
11.	Asam Bebas	%	2
12.	Belerang	%	2
13.	Silikat	%	2
14.	Klorida	%	2
15.	Daya netralisasi kapur setara CaCO <sub>3</sub>	%	2
16.	Logam berat total (tidak ada metoda analisa)	ppm/ppb	0/0
<i>Pupuk organik</i>			
1.	Kadar bahan ikutan	%	2
2.	Kadar air	%	2
3.	pH	-	1
4.	Kadar abu	%	2
5.	N-total	%	2
6.	C-organik (Walkley & Black)	%	2
7.	Unsur makro total	%	2
8.	Unsur mikro total	ppm	0
9.	Logam berat total	ppm/ppb	0/0
10.	Raksa dengan SSA cara Uap Dingin	ppb	0
11.	As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida	ppb	0
12.	KTK	cmol(+)/kg	2

Lampiran 3. Kriteria penilaian hasil analisis tanah

Parameter tanah *	Nilai				
	Sangat rendah	Rendah	Sedang	Tinggi	Sangat tinggi
C (%)	<1	1-2	2-3	3-5	>5
N (%)	<0,1	0,1-0,2	0,21-0,5	0,51-0,75	>0,75
C/N	<5	5-10	11-15	16-25	>25
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> HCl 25% (mg/100g)	<15	15-20	21-40	41-60	>60
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Bray (ppm P)	<4	5-7	8-10	11-15	>15
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Olsen (ppm P)	<5	5-10	11-15	16-20	>20
K <sub>2</sub> O HCl 25% (mg/100g)	<10	10-20	21-40	41-60	>60
KTK/CEC (me/100 g tanah)	<5	5-16	17-24	25-40	>40
Susunan kation					
Ca (me/100 g tanah)	<2	2-5	6-10	11-20	>20
Mg (me/100 g tanah)	<0,3	0,4-1	1,1-2,0	2,1-8,0	>8
K (me/100 g tanah)	<0,1	0,1-0,3	0,4-0,5	0,6-1,0	>1
Na (me/100 g tanah)	<0,1	0,1-0,3	0,4-0,7	0,8-1,0	>1
Kejenuhan Basa (%)	<20	20-40	41-60	61-80	>80
Kejenuhan Alumunium (%)	<5	5-10	10-20	20-40	>40
Cadangan mineral (%)	<5	5-10	11-20	20-40	>40
Salinitas/DHL (dS/m)	<1	1-2	2-3	3-4	>4
Persentase natrium dapat tukar/ESP (%)	<2	2-3	5-10	10-15	>15

Parameter tanah pada lahan sawah*	Nilai		
	Rendah	Sedang	Tinggi
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> HCl 25% (mg/100g)	<20	20-40	>40
K <sub>2</sub> O HCl 25% (mg/100g)	<20	20-40	>40

	Sangat masam	Masam	Agak masam	Netral	Agak alkalis	Alkalis
pH H <sub>2</sub> O	<4,5	4,5-5,5	5,5-6,5	6,6-7,5	7,6-8,5	>8,5

Unsur mikro DTPA*	Defisiensi	Marginal	Cukup
Zn (ppm)	0,5	0,5-1,0	1,0
Fe (ppm)	2,5	2,5-4,5	4,5
Mn (ppm)	1,0	-	1,0
Cu (ppm)	0,2	-	0,2

Unsur makro & mikro Morgan*	Nilai				
	Sangat rendah	Rendah	Sedang	Tinggi	Sangat tinggi
Ca (ppm)	71	107	143	286	572
Mg (ppm)	2	4	6	23	60
K (ppm)	8	12	21	36	58
Mn (ppm)	1	1	3	9	23
Al (ppm)	1	3	8	21	40
Fe (ppm)	1	3	5	19	53
P (ppm)	1	2	3	9	13
NH <sub>4</sub> (ppm)	2	2	3	8	21
NO <sub>3</sub> (ppm)	1	2	4	10	20
SO <sub>4</sub> (ppm)	20	40	100	250	400
Cl (ppm)	30	50	100	325	600

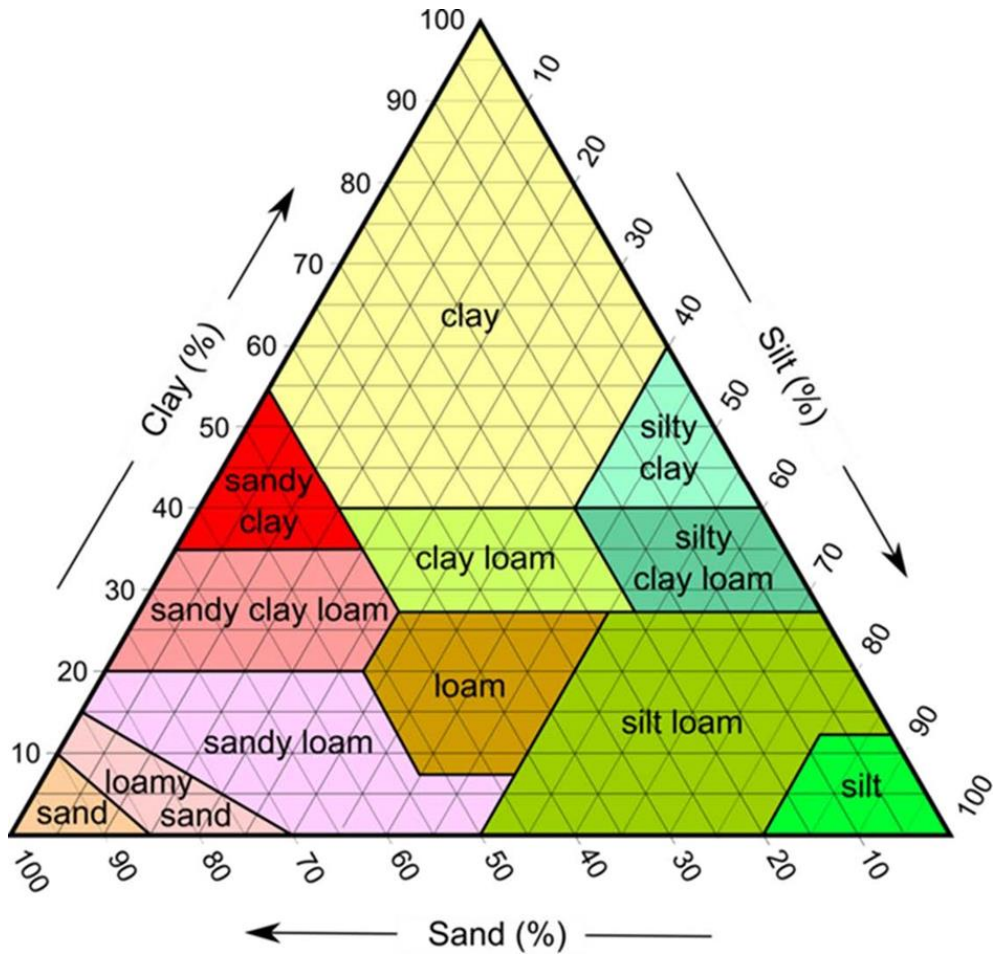
- Penilaian ini hanya didasarkan pada sifat umum secara empiris

Parameter tanah **	Nilai				
	Sangat rendah	Rendah	Sedang	Tinggi	Sangat tinggi
K <sub>2</sub> O HCl 25% (mg/100g)	<5	5-10	11-20	>20	40

- Penilaian ini didasarkan pada respon tanaman dan digunakan untuk pemetaan status hara P dan K tanah sawah



Lampiran 4. Segitiga tekstur



(Vanek *et al.*, 2018)

[https://smallholdersha.files.wordpress.com/2018/07/soiltoolkitmanual\\_sv6-2.pdf](https://smallholdersha.files.wordpress.com/2018/07/soiltoolkitmanual_sv6-2.pdf)

Heavy Clay	=	liat berat	Sand	=	debu
Clay	=	liat	Loamy Sand	=	lempung berdebu
Silty Clay	=	liat berdebu	Sandy Loam	=	lempung
Sandy Clay	=	liat berpasir	Loam	=	lempung berpasir
Silty Clay Loam	=	lempung liat berdebu	Silty Loam	=	pasir berlempung
Sandy Clay Loam	=	lempung liat berpasir	Silt	=	pasir
Clay Loam	=	lempung berliat			

Lampiran 5. Persyaratan logam berat dalam tanah dan tanaman.

Elemen	Tanah		Tanaman	
	Batas Normal	Batas Kritis	Batas Normal	Batas Kritis
	-----mg/kg-----		-----mg/kg-----	
Ag	0,01-8	2	0,1-0,8	1-4
As	0,1-40	20-50	0,02-7	1-20
Au	0,001-0,02	-	<0,0017	<1
Cd	0,01-2,0	3-8	0,1-2,4	4-200
Co	0,5-65	25-50	0,02-1	4-40
Cr	5-1500	75-100	0,03-14	2-18
Cu	2-250	60-125	5-20	5-64
Hg	0,01-0,5	0,3-5	0,005-0,17	1-8
Mn	20-10000	1500-3000	20-1000	100-7000
Mo	0,1-40	2-10	0,03-5	-
Ni	2-750	100	0,02-5	8-220
Pb	2-300	100-400	0,2-20	-
Sb	0,2-10	5-10	0,0001-0,2	1-2
Se	0,1-5	5-10	0,001-2	3-40
Sn	1-200	50	0,2-6,8	63
Ti	0,1-0,8	1	0,03-3	-
Zn	1-900	70-400	1-400	100-900

- Data dari Alloway, B. J., *Heavy Metal in Soils* Blackie Academic and Professional 1995.

Lampiran 6. Persyaratan kualitas air baku

No.	Parameter	Satuan	Kadar maksimum
1.	Jumlah zat Padat terlarut	mg/l	1000
2.	Derajat Kemasaman (pH)		6 – 9
3.	Ammonia sebagai N	mg/l	0,5
4.	Besi (Fe <sup>2+</sup> )	mg/l	0,3
5.	Chlorida	mg/l	600
6.	Kesadahan	mg/l	500
7.	Mangan	mg/l	0,1
8.	Nitrat	mg/l	10
9.	Nitrit	mg/l	0,06
10.	Phosfat	mg/l	0,2
11.	Raksa	mg/l	0,001
12.	Sulfat	mg/l	400
13.	Sianida	mg/l	0,02
14.	Timbal	mg/l	0,03
15.	Oksigen Terlarut	mg/l	Min. 6,0
16.	BOD	mg/l	2
17.	Detergent	mg/l	0,5
18.	Coli group 36 0C	/100 ml	1000
19.	E. Coli 44 0C	/100 ml	100

- Kualitas Air baku mutu kelas I ini berdasarkan Peraturan Pemerintah No. 82 tahun 2001 tentang pengelolaan kualitas air dan pengendalian pencemaran air.

Lampiran 7. Definisi dan syarat-syarat mutu pupuk yang penting

**1. Pupuk fosfat alam untuk pertanian**

**Definisi**

Pupuk fosfat alam untuk pertanian adalah bahan baku galian yang sebagian besar mengandung mineral kalsium fosfat berasal dari batuan yang diproses menjadi bubuk (*powder*) yang dipergunakan secara langsung dalam pertanian dan dalam aplikasinya bisa dimodifikasi dalam bentuk bubuk, butiran dan granular.

**Syarat mutu Pupuk fosfat alam untuk pertanian SNI 02-3776-2005**

No	Uraian	Satuan	Persyaratan			
			Mutu A	Mutu B	Mutu C	Mutu D
1	Kadar unsur hara fosfor sebagai P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>					
	- Total	% b/b	min. 28	min. 24	min. 14	min. 10
	- Larut dalam asam sitrat 2%	% b/b	min. 7	min. 6	min. 3,5	min. 2,5
2	Kadar air	% b/b	maks. 5	maks. 5	maks. 5	maks. 5
3	Kehalusan					
	- Kehalusan lolos 80 mesh Tyler	% b/b	min. 50	min. 50	min. 50	min. 50
	- Kehalusan lolos 25 mesh Tyler	% b/b	min. 80	min. 80	min. 80	min. 80
	Cemaran Logam					
	- Cadmium (Cd)	ppm	maks. 100	maks. 100	maks. 100	maks. 100
	- Timbal (Pb)	ppm	maks. 500	maks. 500	maks. 500	maks. 500
	- Raksa (Hg)	ppm	maks. 10	maks. 10	maks. 10	maks. 10
	- Arsen (As)	ppm	maks. 100	maks. 100	maks. 100	maks. 100

**CATATAN**

1. Semua persyaratan kecuali kadar air dan kehalusan dihitung atas dasar bahan kering (adbk).
2. Dalam peredaran dapat diperjual belikan berbentuk granular.

**2. Pupuk SP-36**

**Definisi**

Pupuk SP-36 adalah pupuk fosfat buatan berbentuk butiran (granular) yang dibuat dari batuan fosfat dengan campuran asam fosfat dengan asam sulfat yang komponen utamanya mengandung unsur hara fosfor berupa mono kalsium fosfat, Ca (H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>).

**Syarat mutu pupuk SP-36 SNI 02-3769-2005**

No.	Uraian	Satuan	Persyaratan
1	Kadar unsur hara fosfor sebagai P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>		
	- P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> total	%	min. 36
	- P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> larut dalam asam sitrat 2 %		min. 34
	- P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> larut dalam air		min. 30
2	Kadar belerang (sebagai S)	%	min. 5
3	Kadar asam bebas (sebagai H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> )	%	maks. 6
4	Kadar air	%	maks. 5

**CATATAN**

1. Semua persyaratan kecuali kadar air dihitung atas dasar bahan kering (adbk).

**3. Pupuk diamonium fosfat****Definisi**

Pupuk diammonium fosfat adalah pupuk majemuk buatan, berbentuk butiran, sebagai sumber hara nitrogen dan fosfor dengan rumus kimia (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> HPO<sub>4</sub>

**Syarat mutu pupuk diamonium fosfat SNI 02-2858-2005**

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar nitrogen	%	Minimal 18
2	Kadar fosfor (dihitung sebagai P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	%	Minimal 46
3	Kadar air	%	Maksimal 2
4	Butiran lolos ayakan 5 US mesh, tidak lolos ayakan 10 US mesh	%	Minimal 80
5	Cemaran logam		
	- Kadmium (Cd)		
	- Timbal (Pb)	ppm	Maksimal 100
	- Raksa Hg	ppm	Maksimal 500
6	Cemaran arsen (As)	ppm	Maksimal 10
		ppm	Maksimal 100

**CATATAN**

1. Semua persyaratan kecuali kadar air dan butiran dihitung atas dasar bahan kering (adbk).

#### 4. Pupuk urea amonium fosfat

##### Definisi

Pupuk urea ammonium fosfat adalah pupuk majemuk buatan berbentuk butiran sebagai sumber hara nitrogen dan fosfor.

##### Syarat mutu pupuk urea amonium fosfat SNI 02-2811-2005

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar nitrogen	%	Minimal 25
2	Kadar fosfor (dihitung sebagai	%	Minimal 16
3	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	%	Maksimal 1
4	Kadar air	%	Minimal 90
	Butiran lolos ayakan US mesh 5, tidak lolos ayakan US mesh 10		

##### CATATAN

1. Semua persyaratan kecuali kadar air dan butiran dihitung atas dasar bahan kering (adbk).

#### 5. Pupuk mono amonium fosfat

##### Definisi

Pupuk mono amonium fosfat adalah pupuk majemuk buatan berbentuk butiran, sebagai sumber hara nitrogen dan fosfor dengan rumus kimia (NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>).

##### Syarat mutu pupuk mono amonium fosfat SNI 02-2810-2005

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar nitrogen	%	Minimal 11
2	Kadar fosfor (dihitung sebagai	%	Minimal 48
3	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	%	Maksimal 1
4	Kadar air	%	Minimal 80
	Butiran lolos ayakan US mesh 5, tidak lolos ayakan US mesh 10		

##### CATATAN

1. Semua persyaratan kecuali air dan butiran dihitung atas dasar bahan kering

#### 6. Pupuk kalium sulfat

##### Definisi

Pupuk kalium sulfat adalah pupuk buatan berbentuk butiran atau serbuk dengan rumus kimia K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, digunakan sebagai sumber hara kalium dan belerang yang juga disebut sebagai pupuk ZK (*Zwavelzuur Kalium*).

### Syarat mutu pupuk kalium sulfat SNI 2809:2014

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kalium sebagai kalium oksida		
2	K <sub>2</sub> O	%	Minimal 50
3	Kadar belerang (S)	%	Minimal 17
4	Asam bebas sebagai H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	%	Maksimal 2,5
5	Klorida (Cl)	%	Maksimal 2
6	Kadar air (H <sub>2</sub> O)	%	Maksimal 1
7	Timbal	mg/kg	Maksimal 500
8	Arsen	mg/kg	Maksimal 100
9	Kadmium	mg/kg	Maksimal 100
	Merkuri	mg/kg	Maksimal 10

### 7. Pupuk kalium klorida

#### Definisi

Pupuk kalium klorida adalah pupuk tunggal yang mengandung unsur hara kalium, berbentuk serbuk, butiran atau gelintiran dengan rumus kimia KCl, yang juga disebut sebagai pupuk MOP (*Muriate of Potash*).

### Syarat mutu pupuk kalium klorida SNI 02-2805-2005

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kalium sebagai kalium oksida		
2	K <sub>2</sub> O	%	Minimal 60
	Kadar air (H <sub>2</sub> O)	%	Maksimal 1

#### CATATAN

1. Persyaratan K<sub>2</sub>O dihitung atas dasar bahan kering (adbk).

### 8. Pupuk tripel super fosfat plus-Zn

#### Definisi

Pupuk tripel super fosfat plus-Zn adalah pupuk buatan berbentuk butiran (granular) yang komponen utamanya mengandung unsur hara fosfor berupa mono kalsium fosfat dengan rumus kimia Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> dibuat dari batuan fosfat dan asam fosfat, ditambah unsur hara mikro seng.

**Syarat mutu pupuk tripel super fosfat plus-Zn SNI 02-2800-2005**

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar unsur hara fosfor sebagai $P_2O_5$		
	- Total	%	Min. 45
	- Larut dalam asam sitrat 2%	%	Min. 43
	- Larut air	%	Minimal 35
2	Kadar asam bebas sebagai $H_3PO_4$	%	Maksimal 5
3	Kadar air ( $H_2O$ )	%	Maksimal 5
4	Kadar seng sebagai ZnO	%	Minimal 0,2

**CATATAN**

1. Semua persyaratan kecuali kadar air dihitung atas dasar bahan kering.

**9. Pupuk amonium klorida****Definisi**

Pupuk amonium klorida adalah pupuk buatan berbentuk kristal dengan rumus kimia  $NH_4Cl$ , yang mengandung unsur hara nitrogen.

**Syarat mutu pupuk amonium klorida SNI 02-2581-2019**

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar nitrogen	%	Minimal 25
2	Kadar air	%	Maksimal 1
3	Asam bebas (sebagai HCl)	%	Maksimal 0,08

**CATATAN**

1. Semua persyaratan kecuali kadar air, dihitung atas dasar bahan kering (adbk).

**10. Pupuk amonium sulfat****Definisi**

Pupuk ammonium sulfat adalah pupuk buatan berbentuk kristal dengan rumus kimia  $(NH_4)_2SO_4$  yang mengandung unsur hara nitrogen dan belerang, yang juga disebut sebagai pupuk ZA (*Zwavelzuur Ammoniak*).



**Syarat mutu pupuk amonium sulfat SNI 02-1760-2005**

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar nitrogen	%	Minimal 20,8
2	Kadar belerang	%	Minimal 23,8
3	Asam bebas (sebagai H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	%	Maksimal 0,1
4	Kadar air	%	Maksimal 1,0

**CATATAN**

- Semua persyaratan kecuali kadar air, dihitung atas dasar bahan kering

**11 Pupuk tripel super fosfat****Definisi**

Pupuk tripel super fosfat adalah pupuk buatan berbentuk butiran (*granular*) yang dibuat dari reaksi batuan fosfat dengan asam fosfat sehingga dihasilkan senyawa dengan komponen utama mono kalsium fosfat, Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.

**Syarat mutu pupuk tripel super fosfat SNI 02-0086-2005**

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan	
1	Kadar unsur hara fosfor sebagai P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	%	Minimal 45	
	- Total			Minimal 40
	- Larut dalam asam sitrat 2%			Minimal 36
2	- Larut dalam air	%	Maksimal 6	
	Kadar asam bebas sebagai H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>			Maksimal 5
4	Kadar air (H <sub>2</sub> O)	ppm	Maksimal 100	
	Cemaran logam			Maksimal 500
	- Kadmium (Cd)			Maksimal 10
	- Timbal (Pb)			Maksimal 100
	- Raksa Hg			Maksimal 100
5	Cemaran arsen (As)	ppm	Maksimal 100	

**CATATAN**

- Semua persyaratan kecuali kadar air dihitung atas dasar bahan kering (adbk).

## 12. Pupuk anorganik hara mikro campuran cair

### Definisi

Pupuk anorganik hara mikro campuran cair adalah pupuk yang mengandung unsur-unsur mikro seperti tembaga, kobal, seng, mangan, molibden, dan boron sesuai fungsinya kandungan unsur hara primer seperti N, P, K tidak diutamakan, pupuk anorganik hara mikro campuran diproduksi dalam bentuk cair untuk menjamin homogenitasnya.

### Syarat mutu pupuk anorganik hara mikro campuran cair SNI 02-6680-2002

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Tembaga (Cu)	%	0,10 - 0,13
2	Kobal (Co)	%	0,010 - 0,012
3	Mangan (Mn)	%	0,90-1,10
4	Seng (Zn)	%	0,16 - 0,20
5	Molibden (Mo)	%	0,07 - 0,09
6	Boron (B)	%	0,04 - 0,06
7	Biuret	%	maksimal 1
8	Merkuri (Hg)	ppm	maksimal 0,2
9	Arsen (As)	ppm	maksimal 5
10	Kadmium (Cd)	ppm	maksimal 1
11	Timbal (Pb)	ppm	maksimal 5

## 13. Pupuk anorganik hara makro campuran

### Definisi

Pupuk anorganik hara makro campuran adalah pupuk anorganik yang mengandung hara utama N, P, dan K yang dilengkapi unsur-unsur mikro seperti tembaga, kobal, seng, mangan, molibden, dan boron.

**Syarat mutu pupuk anorganik hara makro campuran cair SNI 02-6681-2002**

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Jumlah Kadar (Nitrogen total + P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> total+ K <sub>2</sub> O)	%	Minimal 11
2	Nitrogen total	%	Minimal 2
3	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> total	%	Minimal 2
4	K <sub>2</sub> O	%	Minimal 2
5	Tembaga (Cu)	ppm	2 - 3
6	Kobal (Co)	ppm	0,25 - 0,35
7	Mangan (Mn)	ppm	18 – 22
8	Seng (Zn)	ppm	3 – 5
9	Molibden (Mo)	ppm	1 – 2
10	Boron (B )	ppm	18 – 22
11	Biuret	%	maksimal 1
12	Merkuri (Hg)	ppm	maksimal 0,2
13	Arsen (As)	ppm	maksimal 5
14	Kadmium (Cd)	ppm	maksimal 1
15	Timbal (Pb)	ppm	maksimal 5

**CATATAN**

1. Sesuai bahan baku yang digunakan pupuk anorganik hara makro campuran terdiri dari pupuk berbentuk padat dan cair.

**Syarat mutu pupuk anorganik hara makro campuran padat SNI 02-6681-2002**

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Jumlah Kadar (Nitrogen total + P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> total+	%	Minimum 30
2	K <sub>2</sub> O)	%	Minimum 6
3	Nitrogen total	%	Minimum 6
4	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> total	%	Minimum 6
5	K <sub>2</sub> O	ppm	6 - 8
6	Tembaga (Cu)	ppm	0,9 - 0,11
7	Kobal (Co)	ppm	50 – 60
8	Mangan (Mn)	ppm	10 – 12
9	Seng (Zn)	ppm	3 – 5
10	Molibden (Mo)	ppm	50 – 60
11	Boron (B )	%	maksimal 1 %
12	Biuret	ppm	maksimal 0,2
13	Merkuri (Hg)	ppm	maksimal 5
14	Arsen (As)	ppm	maksimal 1
15	Kadmium (Cd)	ppm	maksimal 5
	Timbal (Pb)		

#### 14. Pupuk kalium nitrat

##### Definisi

Pupuk kalium nitrat adalah pupuk majemuk buatan berbentuk serbuk, butiran, serpihan dengan komponen utama  $\text{KNO}_3$  digunakan sebagai sumber hara nitrogen dan kalium.

##### Syarat mutu pupuk kalium nitrat SNI 02-2808-1992

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar Nitrogen	%	minimal 13,0
2	Kalium sebagai $\text{K}_2\text{O}$	%	minimal 44,0
3	Klorida sebagai Cl	%	minimal 0,5
4	Kadar air	%	maksimal 1,0

#### 15. Pupuk kalsium nitrat

##### Definisi

Pupuk kalsium nitrat atau kalksalpeter/kapur sendawa adalah pupuk buatan yang mengandung unsur hara nitrogen dan kalsium berbentuk serpihan, butiran atau glintiran dengan rumus kimia  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

##### Syarat mutu pupuk kalsium nitrat SNI 02-2806-1992

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar Nitrogen	%	minimal 15
2	Kadar kalsium sebagai CaO	%	minimal 26
3	Klorida sebagai Cl	%	minimal 0,2
4	Kadar air	%	maksimal 0,7

## 16. Pupuk urea tablet

### Definisi

Pupuk urea tablet adalah pupuk buatan yang merupakan pupuk tunggal, mengandung unsur hara utama nitrogen, berbentuk tablet dengan rumus kimia  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ .

### Syarat mutu Pupuk Urea Tablet SNI 02-4378-1996

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar nitrogen	%	minimal 46
2	Kadar air	%	maksimal 0,5
3	Kadar biuret	%	maksimal 1
4	Kekuatan penghancuran	kg	minimal 2,4
5	Ukuran		
	- diameter	mm	12,7 + 0,2
	- berat	gram	1 + 0,09
6	Toleransi pecah	%	maksimal 10

## 17. Pupuk urea

### Definisi

Pupuk urea adalah pupuk buatan yang merupakan pupuk tunggal, mengandung unsur hara utama nitrogen, berbentuk butiran (*prill* atau glintiran (*granular*) dengan rumus kimia  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ .

### Syarat mutu pupuk urea SNI 02-2801-2010

No.	Uraian	Satuan	Persyaratan	
			Butiran	Gelintiran
1	Kadar nitrogen	%	minimal 46,0	minimal 46,0
2	Kadar air	%	maksimal 0,5	maksimal 0,5
3	Kadar biuret	%	maksimal 1,2	maksimal 1,5
4	Ukuran :			
	a) 1,00 mm – 3,35 mm	%	minimal 90,0	-
	b) 2,00 mm – 4,75 mm	%	-	minimal 90,0

## 18. Pupuk-pupuk superfosfat tunggal dan rangkap

### Definisi

Pupuk superfosfat tunggal dan rangkap adalah pupuk buatan berbentuk padat yang dibuat dengan bahan dasar batuan fosfat alam sehingga dihasilkan senyawa  $\text{CaH}_4(\text{PO}_4)_2$ .

### Syarat mutu pupuk superfosfat tunggal dan rangkap SNI 02-2857-1992

No.	Karakteristik	Superfosfat + tunggal	Superfosfat + rangkap
1	$\text{P}_2\text{O}_5$ tersedia	minimal 18%	36%
2	Asam bebas (dihitung sebagai $\text{H}_3\text{PO}_4$ )	maksimal 4%	4%
3	Air	maksimal 4%	4%

## 19. Pupuk NPK padat

### Definisi

Pupuk NPK padat adalah pupuk anorganik majemuk buatan berbentuk padat yang mengandung unsur hara makro utama nitrogen, fosfor dan kalium serta dapat diperkaya dengan unsur hara mikro lainnya.

### Syarat mutu pupuk NPK padat SNI 2803:2012

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Nitrogen total*	%	minimal 6
2	Fosfor Total sebagai $\text{P}_2\text{O}_5$ *	%	minimal 6
3	Kalium sebagai $\text{K}_2\text{O}$ *	%	minimal 6
4	Jumlah kadar N, $\text{P}_2\text{O}_5$ dan $\text{K}_2\text{O}$ *	%	minimal 30
5	Kadar air (b/b)	%	maksimal 3
6	Cemaran logam berat :		
	- Merkuri (Hg)	mg/kg	maksimal 10
	- Kadmium (Cd)	mg/kg	maksimal 100
	- Timbal (Pb)	mg/kg	maksimal 500
	- Arsen (As)	mg/kg	maksimal 100

### KETERANGAN

\* adalah jenis uji 1 sampai dengan 3 adbk (atas dasar berat kering)

### CATATAN

1. Toleransi hasil uji laboratorium masing-masing unsur hara N,  $\text{P}_2\text{O}_5$  dan  $\text{K}_2\text{O}$  maksimal 8 % di bawah formula.

## 20. Pupuk mono amonium fosfat (MAP)

### Definisi

Pupuk mono ammonium fosfat adalah pupuk majemuk buatan berbentuk butiran, sebagai sumber hara nitrogen dan fosfor dengan rumus kimia ( $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ).

### Syarat mutu pupuk mono amonium fosfat SNI 02-2810-2005

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar air	%	Maksimal 1,0
2	Kadar nitrogen	%	Minimal 11,0
3	Kadar fosfor (dihitung sebagai $\text{P}_2\text{O}_5$ )	%	Minimal 48,0
4	Butiran lolos ayakan mesh <i>US</i> mesh 5, tidak lolos ayakan <i>US</i> mesh 10	%	Minimal 80%

### CATATAN

1. Semua persyaratan kecuali kadar air dan butiran dihitung atas dasar bahan kering

## 21. Dolomit

### Definisi

Pupuk dolomit adalah pupuk yang berasal dari bahan mineral alam yang mengandung unsur hara magnesium dan kalsium dengan rumus kimia  $\text{Ca Mg}(\text{CO}_3)_2$ .

### Syarat mutu pupuk dolomit SNI 02 – 2804 – 2005

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar air	%	maksimal 3
2	Kadar Mg sebagai MgO	%	minimal 18
3	Kadar Ca sebagai CaO	%	minimal 29
4	Kadar $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	%	maksimal 3
5	Kadar silikat sebagai $\text{SiO}_2$	%	maksimal 3
6	Kehalusan: -25 mesh -80 mesh	%	minimal 100 minimal 50
7	Daya netralisasi (dihitung setara $\text{CaCO}_3$ ).		minimal 100

### CATATAN

1. Semua persyaratan, kecuali kadar air dan kehalusan dihitung atas dasar bahan kering (adbk).

## 22. Kaptan/kapur pertanian

### Definisi

Kapur untuk pertanian adalah bahan alami dan atau produk buatan yang mengandung senyawa utama kalsium yang bersifat basa dan digunakan untuk mengubah sifat keasaman tanah, dan penyedia unsur hara kalsium dalam pertanian. Kapur untuk pertanian dibedakan menurut sifat dan kadar hara kalsium karbonat ke dalam jenis sebagai berikut:

#### **Batu kapur**

Kapur alam dengan komponen utama kalsium karbonat dan dapat mengandung magnesium karbonat.

#### **Kapur kerang**

Kapur berasal rumah kerang dengan komponen utama kalsium karbonat.

#### **Kapur buatan**

Kapur yang diperoleh dari hasil industri dengan komponen utama kalsium karbonat.

#### **Kapur tohor (CaO)**

Kapur hasil pembakaran batu kapur, rumah kerang atau karang dan kapur hasil industri.

#### **Kapur padam (Ca(OH)<sub>2</sub>)**

Kapur hasil reaksi kapur tohor dengan air yang membentuk kalsium hidrosida.

#### **Kapur fosfat**

Kapur alam dengan komponen utama kalsium karbonat dan mengandung sedikit unsur fosfor.

#### **Kalsium karbonat ekuivalen**

Kemampuan untuk menetralkan asam yang dinyatakan dalam % berat kalsium karbonat (% CaCO<sub>3</sub>).



## Syarat mutu kapur untuk pertanian SNI 482:2018

Jenis Parameter	Satuan	Batu Kapur	Kapur kerang	Kapur buatan	Kapur tohor (CaO)	Kapur padam (Ca(OH) <sub>2</sub> )	Kapur fosfat
Kadar air	%	Maks. 10	-	Maks. 15	-	-	Maks. 10
Kalsium karbonat ekuivalen	%	Min. 80	Min. 80	Min. 80	Min. 140	Min. 110	Min. 80
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	Maks. 1,5	Maks. 1,5	Maks. 1,5	Maks. 1,5	Maks. 1,5	Maks. 1,5
CaO	%	Min. 44	Min. 44	Min. 44	-	-	Min. 44
Cemaran logam							
- Kadmium (Cd)	mg/kg	Maks. 10	Maks. 10	Maks. 10	Maks. 10	Maks. 10	Maks. 10
- Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 50	Maks. 50	Maks. 50	Maks. 50	Maks. 50	Maks. 50
- Arsen (As)	mg/kg	Maks. 10	Maks. 10	Maks. 10	Maks. 10	Maks. 10	Maks. 10
- Merkuri (Hg)	mg/kg	Maks. 1	Maks. 1	Maks. 1	Maks. 1	Maks. 1	Maks. 1
Tingkat kelolosan ayakan :							
Tingkat kelolosan ayakan ukuran partikel (8 mesh atau 2,36 mm)	%	Min. 95	Min. 95	Min. 95	-	-	Min. 95
Tingkat kelolosan ayakan ukuran partikel (60 mesh atau 0,250 mm)	%	Min. 55	Min. 55	Min. 55	-	-	Min. 55

### CATATAN

1. Persen dihitung atas dasar berat kering (adbk) kecuali kadar air yang dihitung atas dasar contoh uji

### 23. Pupuk Kiserit

#### Definisi

Pupuk kiserit adalah bahan mineral alam yang mengandung unsur hara magnesium dan sulfur, berbentuk padatan, warna putih keabu-abuan dengan rumus kimia  $MgSO_4 \cdot H_2O$ .

#### Syarat mutu kiserit SNI 02 – 2807–1992

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar air bebas	%	maksimal 0,5
2	Kadar magnesium sebagai MgO	%	minimal 25,5
3	Kadar sulfur sebagai S	%	minimal 21.0

### 24. Urea amonium fosfat (UAP)

#### Definisi

Urea amonium fosfat (UAP) adalah pupuk majemuk buatan berbentuk butiran sebagai sumber hara nitrogen dan fosfor.

#### Syarat mutu pupuk urea amonium fosfat SNI 02 – 2811 – 2005

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar air	%	maksimal 1
2	Kadar nitrogen	%	minimal 25
3	Kadar fosfor sbg $P_2O_5$	%	minimal 16
4	Butiran		
	lolos ayakan US Mesh 5		
	tidak lolos ayakan US Mesh 10	%	minimal 90

#### CATATAN

1. Semua persyaratan kecuali kadar air dan butiran dihitung atas dasar bahan kering (adbk)

## 25. Pupuk Guano

### Definisi

Pupuk guano adalah pupuk yang berasal dari kotoran unggas dan atau kelelawar berbentuk serbuk dan atau butiran berbau khas, dengan atau tanpa penambahan unsur hara N, P dan K.

### Syarat mutu pupuk guano SNI 02 – 2871 – 1992

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar air	%	maksimal 10
2	Total N	%	minimal 3,5
3	Fosfor sbg P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	%	minimal 10
4	Kalium sbg K <sub>2</sub> O	%	minimal 6
5	Klorida sbg Cl	%	maksimal 0,5
6	Berbau		Khas

## 26. Pupuk organik padat

### Definisi

Pupuk organik padat adalah pupuk berbentuk padat berasal dari sisa tumbuhan, tumbuhan mati, kotoran hewan, dan/atau bagian hewan dan/atau limbah organik lainnya yang telah melalui proses rekayasa yang dapat diperkaya dengan bahan mineral dan/atau mikroba yang bermanfaat untuk meningkatkan kandungan hara serta memperbaiki sifat fisik dan/atau kimia dan/atau biologi tanah.

### Syarat mutu pupuk organik padat SNI 7763:2018

No.	Parameter	Satuan	Persyaratan
1	C-organik	%	minimal 15
2	C/N	-	maksimal 25
3	Bahan ikutan (beling/pecahan kaca, plastik, kerikil, dan logam)	%	maksimal 2
4	Kadar Air	-	8 - 25
5	pH	%	4 - 9
6	Hara makro (N+ P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> + K <sub>2</sub> O)	-	minimal 2
7	Logam Berat		
	Hg	mg/kg	maksimal 1
	Pb	mg/kg	maksimal 50
	Cd	mg/kg	maksimal 2
	As	mg/kg	maksimal 10
	Cr	mg/kg	maksimal 180
	Ni	mg/kg	maksimal 50
8	Hara mikro		
	Fe Total	mg/kg	maksimal 15.000
	Fe Tersedia	mg/kg	maksimal 500
	Zn total	mg/kg	maksimal 5.000
9	Ukuran butir (2-4,75)mm*	%	minimal 75
10	Cemaran mikroba :		
	<i>E-coli</i>	MPN/g	< 10 <sup>2</sup>
	<i>Salmonella sp</i>	MPN/g	< 10 <sup>2</sup>

#### CATATAN

- Semua persyaratan kecuali kadar air, bahan ikutan, ukuran butir dan cemaran mikroba dihitung atas dasar berat kering (adbk).

\*) Untuk pupuk organik granul

## 27. Amonium nitrat gamping

### Definisi

Pupuk amonium nitrat gamping adalah hasil pencampuran senyawa amonium nitrat dengan kapur, berupa butiran atau gelintiran (granular)

### Syarat mutu pupuk Amonium nitrat gamping SNI 02 – 3533 – 1994

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar nitrogen	%	20-28
2	Kadar air	%	Maksimal 0,5
3	Diameter	Mm	2,8-3,2
4	Kadar kalsium	-	Dicantumkan

## 28. Zeolit sebagai bahan pembenah tanah pertanian

### Definisi

Zeolit adalah mineral dari senyawa aluminosilikat terhidrasi dengan struktur berongga dan mengandung kation-kation alkali dan alkali tanah yang dapat dipertukarkan. Zeolite yang dimaksud adalah zeolite alam.

Bahan pembenah tanah adalah bahan yang diberikan ke dalam tanah dengan jumlah yang cukup banyak untuk memperbaiki sifat-sifat fisik, kimia, dan atau biologi tanah.

Tanah adalah benda alam yang terbentuk dari proses pelapukan batuan sebagai media tumbuh tanaman. Jenis tanah yang dimaksud adalah yang mempunyai kapasitas tukar kation rendah.

### Syarat mutu zeolit sebagai bahan pembenah tanah SNI 13 – 7168 – 2006

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar zeolit	%	Minimal 50
2	Kapasitas tukar kation	%	Minimal 100 meq/100g
3	Kadar air (moisture)	%	Maksimal 10
4	Ukura butir -10 +48 mesh	%	minimal 90

## 29. Fosfat kalium padat

### Definisi

Pupuk anorganik majemuk buatan berbentuk padat yang mengandung unsur hara utama fosfor dan kalium.

### Syarat mutu pupuk amonium nitrat gamping SNI 7850:2013

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Fosfor total sebagai P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> * (b/b)	%	Min. 6
2	Kalium sebagai K <sub>2</sub> O* (b/b)	%	Min. 6
3	Jumlah P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> dan nK <sub>2</sub> O (b/b)	%	Min. 20
4	Kadar air (b/b)	%	Maks. 3
5	Cemaran logam berat		
	- Merkuri (Hg)	mg/kg	Maks. 10
	- Kadmium (Cd)	mg/kg	Maks. 100
	- Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 500
6	Arsen (As)	mg/kg	Maks. 100

### KETERANGAN

- Uji 1 dan 2 adbk (atas dasar berat kering)
- Toleransi hasil uji laboratorium masing-masing unsur hara P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dan K<sub>2</sub>O maksimal 8% di bawah formula

## 30. Kitosan cair sebagai pupuk organik

### Definisi

Kitosan cair adalah kitosan yang telah dilarutkan dengan menggunakan asam organik encer. Pupuk organik kitosan adalah pupuk yang berbahan baku kitosan, berbentuk cair, komponen tunggal yang bermanfaat untuk meningkatkan sistem imun dan efektivitas penyerapan unsur hara pada tanaman.

### Syarat mutu pupuk amonium nitrat gamping SNI 8267:2016

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Fisika		
	- Warna	-	Coklat muda - Coklat tua
	- Viskositas (1%)	Cps	Min. 5
	- Berat jenis	g/cm <sup>3</sup>	1,02 – 1,04
2	Kimia		
	- pH		3- 5

**31. Persyaratan Teknis Minimal Pupuk An-Organik Padat dan Cair**  
**KEPUTUSAN MENTERI PERTANIAN REPUBLIK INDONESIA No.**  
**209/Kpts/SR.320/3/2018 Tentang Persyaratan Teknis Minimal Pupuk An-Organik**

**1. Lingkup**

Ruang lingkup persyaratan teknis minimal pupuk An-Organik meliputi definisi, syarat mutu

**2. Definisi**

Persyaratan teknis minimal Pupuk An-Organik merupakan persyaratan komposisi dan kandungan hara yang harus dipenuhi oleh Pupuk An-Organik. Persyaratan Teknis minimal Pupuk An-Organik adalah standar mutu pupuk yang ditetapkan oleh Menteri Pertanian terhadap pupuk yang belum ada SNI (Standar Nasional Indonesia).

**3. Persyaratan Mutu**

Syarat mutu pupuk dikelompokkan dalam Pupuk Hara Makro Tunggal, Pupuk Hara Makro Majemuk, Pupuk Hara Mikro Tunggal, Pupuk Hara Mikro Majemuk dan Pupuk Hara Campuran yang dapat mengandung hara makro dan mikro baik padat maupun cair dan pupuk yang mengandung hara fungsional.

Kandungan hara dalam pupuk An-organik terdiri atas unsur hara Makro Primer: Nitrogen, Fosfor, Kalium; hara Makro Sekunder: Kalsium, Magnesium, Sulfur, dan unsur hara mikro: Tembaga, Seng, Mangan, Molibdenum, Boron, Kobal dan Besi, serta hara fungsional : Silika

Persyaratan Teknis Minimal Pupuk An-Organik terdapat pada Lampiran Tabel I.

Persyaratan Teknis Minimal Pupuk Organik terdapat pada Lampiran Tabel II.

**4. Ketentuan Logam berat dalam Pupuk An-organik**

Semua jenis pupuk tidak diperbolehkan mengandung logam berat As, Hg, Cd dan Pb yang dapat membahayakan kesehatan dan keamanan lingkungan. Batas toleransi maksimal kandungan logam berat sebagai bahan ikutan sebagaimana yang tercantum pada Tabel di bawah ini selanjutnya.

5. Batas toleransi 8% sebagaimana dimaksud dalam Pasal 32 ayat (2) Peraturan Menteri Pertanian Nomor 36/PERMENTAN/SR/10/2017 tentang Pendaftaran Pupuk An-organik hanya berlaku untuk pupuk majemuk NPK Padat.

## Lampiran Tabel I. Persyaratan Teknis Minimal (Ptm) Pupuk An-Organik

### 1. PTM Hara Makro

Jenis Hara	Pupuk Makro Tunggal		Pupuk Makro Majemuk *	
	Padat	Cair	Padat	Cair
Hara Makro Primer:				
- Total Nitrogen	SNI**	min 20%	- Total (N+P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> +K <sub>2</sub> O) min 30%, masing-masing unsur min 6%	- Total (N+P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> + K <sub>2</sub> O) min 10%, masing-masing unsur min 2%
- Total Fosfor (sebagai P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	SNI**	min 8%	- Total (N+P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) atau (N+K <sub>2</sub> O) atau (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> + K <sub>2</sub> O) min 20%, masing-masing unsur min 6%	- Total (N+P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) atau (N+K <sub>2</sub> O) atau (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> + K <sub>2</sub> O) min 8%, masing-masing unsur min. 2%.
- Total Kalium (sebagai K <sub>2</sub> O)	SNI**	min 15%	- Total N atau P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> atau K <sub>2</sub> O min 10%	- Total N atau P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> atau K <sub>2</sub> O min 4%
Hara Makro Sekunder :				
- Sulfur (sebagai S)	min 75%	min 20%	min 9%	min 3%
- Kalsium (sebagai CaO)	min 40%	min 15%	min 15%	min 5%
- Magnesium (sebagai MgO)	min 25%	min 6%	min 9%	min 2%
Silika (sebagai SiO <sub>2</sub> )	min 10%	min 5%	min 6%	min 4%
Silika Gel (sebagai SiO <sub>2</sub> )	min 60%	-	-	-
Kadar Air :	maks 1%*** maks 5%****	- -	maks 1%*** maks 5%****	- -
Logam Berat :*****				
- As			maks 100 ppm	
- Hg			maks 10 ppm	
- Cd			maks 100 ppm	
- Pb			maks 500 ppm	

\*) Pupuk majemuk adalah pupuk yang mengandung minimal 2 (dua) unsur hara dan terdiri atas :

- Makro primer;
- Makro sekunder;
- Makro primer + makro sekunder;
- Makro primer + silika;
- Makro sekunder + silika; atau
- Makro primer + makro sekunder + silika.

\*\*) Pupuk yang tidak atau belum diatur dalam SNI dan Permentan, maka perlu rekomendasi dari Tim Teknis.

\*\*\*)) Berlaku untuk pupuk padat yang mengandung Nitrogen.

\*\*\*\*\*) Berlaku untuk pupuk padat lainnya.

\*\*\*\*\*)) Syarat tambahan logam berat: Ni < 0,4%; Cr < 4% untuk pupuk padat yang mengandung silika.

## 2. PTM Hara Mikro

Jenis Hara	Pupuk Mikro Tunggal		Pupuk Mikro Majemuk <sup>*</sup>	
	Padat	Cair	Padat	Cair
Hara Mikro: - Seng (Zn) - Boron (B)  - Tembaga (Cu) - Mangan (Mn) - Molibden (Mo) - Kobal (Co) - Besi (Fe)	SKI** SKI**  SKI** SKI** SKI** SKI** SKI**	min 2% min 2%  min 2% min 2% min 2% min 2% min 2%	Minimal terdiri atas 2 (dua) unsur  Total ≥ 5%  1 (satu) unsur minimal 1%	Minimal terdiri atas 2 (dua) unsur  Total ≥ 2%  1 (satu) unsur minimal 0,5%
Kadar Air:	maks 2%	-	maks 2%	-
Logam Berat: - As - Hg - Cd - Pb	maks 25 ppm maks 2,5 ppm maks 25 ppm maks 125 ppm	maks 5 ppm maks 0,2 ppm maks 1 ppm maks 5 ppm	maks 25 ppm maks 2,5 ppm maks 25 ppm maks 125 ppm	maks 5 ppm maks 0,2 ppm maks 1 ppm maks 5 ppm

\*) Pupuk mikro majemuk adalah pupuk yang terdiri atas minimal 2 (dua) unsur hara mikro.

\*\*\*) SKI: Standar Kimia Industri, kecuali pupuk hara mikro yang sudah mempunyai SNI: (seng sulfat teknis, pupuk borat, tembaga sulfat teknis (terusi))



PTM Pupuk An-organik hara makro campuran padat dan hara makro campuran cair mengacu SNI 02-6681-2002 yang mengatur hara makro campuran yang terdiri atas hara makro primer dan hara mikro.

### 3. PTM Hara Makro – Mikro Campuran

Jenis Hara*	Jenis Pupuk	
	Padat	Cair
Hara Makro Primer Majemuk : - NPK**  - NP  - NK  - PK	Total N+P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> +K <sub>2</sub> O min 30%, masing-masing unsur min 6% Total N+P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> min 24%, masing- masing unsur min 6% Total N+K <sub>2</sub> O min 24%, masing-masing unsur min 6% Total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> + K <sub>2</sub> O min 20%, masing-masing unsur min 6%	Total N+P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> +K <sub>2</sub> O min 10%, masing-masing unsur min 2% Total N+P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> min 8%, masing-masing unsur min 2% Total N+K <sub>2</sub> O min 8%, masing-masing unsur min 2% Total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> + K <sub>2</sub> O min 8%, masing-masing unsur min 2%
Hara Makro Primer Tunggal : - Total Nitrogen - Total Fosfor (sebagai P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) - Total Kalium (sebagai K <sub>2</sub> O)	min 10% min 10% min 10%	min 3% min 3% min 3%
Hara Makro Sekunder : - Sulfur (sebagai S) - Kalsium (sebagai CaO) - Magnesium (sebagai MgO)	min 9% min 15% min 9%	min 3% min 5% min 3%
Hara Mikro: - Seng (Zn) - Boron (B) - Tembaga (Cu) - Mangan (Mn) - Molibden (Mo) - Kobal (Co) - Besi (Fe)	min 1% min 0,5% min 1% min 0,5% min 0,25% min 0,1% min 3%	min 0,3% min 0,15% min 0,3% min 0,15% min 0,1% min 0,03% min 1%
Silika (sebagai SiO <sub>2</sub> ) Silika Gel (sebagai SiO <sub>2</sub> )	min 10% min 60%	min 8% -
Kadar Air:	maks 1%*** maks 5%****	
Logam Berat:***** - As - Hg - Cd - Pb	maks 100 ppm maks 10 ppm maks 100 ppm maks 500 ppm	maks 5 ppm maks 0,2 ppm maks 1 ppm maks 5 ppm

\*) Pupuk hara makro-mikro campuran adalah pupuk yang terdiri atas campuran :

- Hara Makro + Hara Mikro;
- Hara Makro + Hara Mikro + Silika; atau
- Hara Mikro + Silika

\*\*\*)) Khusus untuk campuran hara makro NPK dan hara mikro mengacu pada SNI 02-6681-2002

\*\*\*\*)) Berlaku untuk pupuk padat yang mengandung Nitrogen.

\*\*\*\*\*)) Berlaku untuk pupuk padat lainnya.

\*\*\*\*\*)) Syarat tambahan logam berat: Ni < 0,4%; Cr < 4% untuk pupuk padat yang mengandung silika.

**32. Persyaratan Teknis Minimal Mutu Pupuk Organik  
dan Pembenh Tanah**  
**KEPUTUSAN MENTERI PERTANIAN REPUBLIK INDONESIA**  
**No 261/KPTS/SR.310//M/4/2019 Tentang Persyaratan Teknis Minimal Pupuk  
Organik dan Pembenh Tanah**

**1. Lingkup**

Ruang lingkup persyaratan teknis minimal Pupuk Organik dan Pembenh Tanah meliputi definisi dan syarat mutu.

**2. Definisi**

Persyaratan teknis minimal Pupuk Organik, dan Pembenh Tanah adalah persyaratan komposisi dan kandungan hara yang harus dipenuhi oleh Pupuk Organik dan Pembenh Tanah ditetapkan oleh Menteri Pertanian.

**3. Persyaratan Mutu**

Syarat mutu pupuk dikelompokkan dalam Pupuk Organik Padat, Pupuk Organik Cair, Pembenh Tanah Fungsi Khusus dan Senyawa Humat.

**Lampiran Tabel II. Persyaratan Teknis Minimal Mutu Pupuk Organik Dan Pembenh Tanah dan Seng Humat**

**A. Pupuk Organik Padat\***

No.	Parameter	Satuan	Standar Mutu	
			Murni	Diperkaya Mikroba
1.	C-organik	%	minimum 15	minimum 15
2.	C/N	-	≤25	≤25
3.	Kadar Air	% (w/w)	8-20	10-25
4.	Hara makro (N+P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> +K <sub>2</sub> O)	%	minimum 2	
5.	Hara mikro Fe total Fe tersedia Zn	ppm ppm ppm	maksimum 15.000 maksimum 500 maksimum 5.000	maksimum 15.000 maksimum 500 maksimum 5.000
6.	pH	-	4 - 9	4 - 9
7.	<i>E.Coli</i>  <i>Salmonella sp</i>	cfu/g atau MPN/g cfu/g atau MPN/g	<1 x 10 <sup>2</sup>  <1 x 10 <sup>2</sup>	<1 x 10 <sup>2</sup>  <1 x 10 <sup>2</sup>
8.	Mikroba fungsional**	cfu/g	-	≥1 x 10 <sup>5</sup>
9.	Logam berat As Hg Pb Cd Cr Ni	ppm ppm ppm ppm ppm ppm	maksimum 10 maksimum 1 maksimum 50 maksimum 2 maksimum 180 maksimum 50	maksimum 10 maksimum 1 maksimum 50 maksimum 2 maksimum 180 maksimum 50
10.	Ukuran butir 2-4,75 mm <sup>***</sup>	%	minimum 75	minimum 75
11.	Bahan ikutan (plastik, kaca, kerikil)	%	maksimum 2	maksimum 2
12.	Unsur/senyawa lain <sup>****</sup> Na Cl	ppm ppm	maksimum 2.000 maksimum 2.000	maksimum 2.000 maksimum 2.000

\*) Dalam prosesnya tidak boleh menambahkan bahan kimia sintetis.

\*\*) Mikroba fungsional sesuai klaim genusnya dan jumlah genus masing-masing  
≥ 1 x 10<sup>5</sup>cfu/g

\*\*\* Khusus untuk pupuk organik granul.

\*\*\*\*) Khusus untuk pupuk organik hasil ekstraksi rumput laut.

Semua persyaratan diatas kecuali kadar air, dihitung atas dasar berat kering(adbk)

### B. Pupuk Organik Cair\*

No.	Parameter	Satuan	Standar Mutu
1.	C-organik	% (w/v)	minimum 10
2.	Hara makro N+P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> +K <sub>2</sub> O	% (w/v)	2 - 6
3.	N-organik	% (w/v)	minimum 0,5
4.	Hara mikro** Fe total Mn total Cu total Zn total B total Mo total	ppm ppm ppm ppm ppm ppm	90 – 900 25 – 500 25 – 500 25 – 500 12 – 250 2 - 10
5.	pH	-	4 – 9
6.	<i>E.Coli</i>  <i>Salmonella sp</i>	cfu/ml atau MPN/ml  cfu/ml atau MPN/ml	< 1 x 10 <sup>2</sup>  < 1 x 10 <sup>2</sup>
7.	Logam berat As Hg Pb Cd Cr Ni	ppm ppm ppm ppm ppm ppm	maksimum 5,0 maksimum 0,2 maksimum 5,0 maksimum 1,0 maksimum 40 maksimum 10
8.	Unsur/senyawa lain*** Na Cl	ppm ppm	maksimum 2.000 maksimum 2.000

\*) Dalam prosesnya tidak boleh menambahkan bahan kimia sintetis.

\*\*) Minimum 3 (tiga) unsur.

\*\*\*) Khusus untuk pupuk organik cair hasil ekstraksi rumput laut dan produk laut lainnya.

### C. Pembenh Tanah Organik\*

No.	Parameter	Satuan	Syarat Teknis Sesuai Bentuk Pupuk Hayati	
			Padat	Cair
1.	C-organik	%	minimum 15	minimum10
2.	C/N	-	≤ 25	-
3.	Kadar Air	% (w/w)	8-20	-
4.	Hara mikro: Fe total Fe tersedia Zn	ppm ppm ppm	maksimum 15.000 maksimum 500 maksimum 5.000	maksimum 15.000 maksimum 500 maksimum 5.000
5.	pH	-	4-9	4-9
6.	<i>E. coli</i>	cfu/ atau ml MPN/g atau ml	< 1 x 10 <sup>2</sup>	< 1 x 10 <sup>2</sup>
	<i>Salmonella sp.</i>	cfu/ atau ml MPN/g atau ml	< 1 x 10 <sup>2</sup>	< 1 x 10 <sup>2</sup>
7.	Logam berat*(ppm): As Hg Pb Cd Cr Ni	ppm ppm ppm ppm ppm ppm	maksimum 10 maksimum 1 maksimum 50 maksimum 2 maksimum 180 maksimum 50	maksimum 5,0 maksimum 0,2 maksimum 5,0 maksimum 1,0 maksimum 40 maksimum 10
8.	Bahan ikutan : (plastik, kaca, kerikil)	%	Maksimum 2	-
9.	Unsur/senyawa lain*: Na Cl	ppm ppm	maksimum 2.000 maksimum 2.000	maksimum 2.000 maksimum 2.000

\*) Khusus untuk pembenh tanah organik berupa ekstrak rumput laut

#### D. Pembena Tanah Fungsi Khusus

Kriteria Pembena Tanah Fungsi Khusus terdiri atas :

- a. Kriteria Umum untuk Semua Pembena Tanah; dan
- b. Kriteria Khusus Syarat Mutu Sesuai Klaim, terdiri atas:
  1. Peningkatan Kapasitas Tukar Kation Tanah (KTK) (Zeolit\* dan Non Zeolit);
  2. Penetralsir kemasaman tanah (batu kapur, kulit kerang, kapur hasil industri kapur tohor, kapur padam, kapur fosfatan, dolomit, atau kapur pertanian);\*\*
  3. Penstabil tanah organik;
  4. Kemampuan memegang air (*Water Holding Capacity/WHC*); atau
  5. Peningkatan karbon tanah (Biochar).

No	Fungsi	Parameter	Satuan	Standar Mutu
I.	Kriteria Umum Berlaku Untuk Semua Pembena Tanah			
1.		Logam berat As Hg Pb Cd Cr Ni	ppm ppm ppm ppm ppm ppm	maksimum 10 maksimum 1 maksimum 50 maksimum 2 maksimum 180 maksimum 50
II.	Kriteria Khusus Syarat Mutu Sesuai Klaim			
2.	Peningkatan Kapasitas Tukar Kation Tanah (KTK) Non Zeolit.	KTK bahan Kadar air Kehalusan	Cmol(+)/kg % (w/w) mesh	minimum 60 maksimum 10 mengikuti SNI Zeolit
3.	Penstabil tanah organik	Total kation polivalen*** Kadar air Bentuk curah Kehalusan : Lolos 40 Lolos 100 Bentuk granul 2-4,75 mm	% % (w/w) mesh mesh %	minimum 7 maksimum 5  100 50  Minimum 75
4.	Kemampuan memegang air ( <i>Water Holding Capacity/WHC</i> )	Kemampuan Menyerap Air	%	Minimum 350 kali Berat Kering
5.	Peningkatan karbon tanah ( <i>Biochar</i> )	Total karbon grade A Total karbon grade B pH	% %	>60 30-60 7-12

\*) Peningkatan Kapasitas Tukar Kation (KTK) Zeolit sesuai dengan SNI.

\*\*) Penetralsir kemasaman tanah didasarkan pada klaim kandungan beban aktif, sesuai dengan SN.

\*\*\*) Kation Polivalen : Fe, Al, Cu, dan/atau Zn.

### E. Senyawa Humat

No.	Parameter	Satuan	Standar Mutu			
			Padat			Cair
			Grade A	Grade B	Grade C	
1.	Senyawa Humat	%	< 60	41 - 60	20 - 40	minimum 10
2.	Kelarutan dalam air	%	minimum 80			-
3.	Kadar Air	% (w/w)	maksimum 20			-
4.	Natrium	%	maksimum 10			maksimum 3
5.	pH		8 - 11			8 - 11
6.	Logam berat					
	As	ppm	maksimum 8,0			maksimum 2,0
	Hg	ppm	maksimum 0,8			maksimum 0,2
	Pb	ppm	maksimum 40			maksimum 10
	Cd	ppm	maksimum 1,6			maksimum 0,4
	Cr	ppm	maksimum 180			maksimum 40
	Ni	ppm	maksimum 50			maksimum 10