

**PETUNJUK
TEKNIS**

Edisi 2



ANALISIS KIMIA TANAH, TANAMAN, AIR, DAN PUPUK



BALAI PENELITIAN TANAH

Balai Besar Litbang Sumber Daya Lahan Pertanian
Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian
Departemen Pertanian

2009



AGRO INOVASI

Petunjuk Teknis Edisi 2

ANALISIS KIMIA TANAH, TANAMAN, AIR, DAN PUPUK

Penanggungjawab:

Kepala Balai Penelitian Tanah

Penyusun:

Eviati

Sulaeman

Redaksi Pelaksana:

Herry Sastramihardja

Sri Erita Aprillani

Farida Manalu

Setting/Lay Out:

Didi Supardi

Editor:

B.H. Prasetyo, Djoko Santoso, dan Ladiyani Retno W.

Penerbit:

BALAI PENELITIAN TANAH

Jl. Ir. H. Juanda 98

Bogor 16123

Jawa Barat

Telp. (0251) 8336757, Fax (0251) 8321608

e-mail: soil-ri@indo.net.id

Website: <http://balittanah.litbang.deptan.go.id>

Penyusunan dan pencetakan buku ini dibiayai dengan DIPA 2009

Balai Penelitian Tanah, Bogor

ISBN 978-602-8039-21-5

KATA PENGANTAR

Prosedur analisis yang diberikan dalam petunjuk teknis ini adalah prosedur rutin untuk analisis tanah, tanaman, air dan pupuk yang dilakukan di Laboratorium Kimia Balai Penelitian Tanah. Disebut rutin karena jenis-jenis penetapan ini biasa diminta oleh para pengguna jasa baik praktisi maupun peneliti. Buku ini merupakan penyempurnaan dari petunjuk Teknis Analisis Kimia Tanah, Tanaman, Air, dan Pupuk yang diterbitkan tahun 2005. Laboratorium Kimia Tanah merupakan bagian dari Laboratorium Tanah, Balai Penelitian Tanah selain Laboratorium Biologi dan Laboratorium Fisika Tanah. Laboratorium kimia tanah telah terakreditasi oleh Komite Akreditasi Nasional (KAN), Badan Standardisasi Nasional (BSN) sebagai laboratorium pengujian mulai tahun 2004 dengan No. LP-192-IDN.

Analisis tanah memberikan data sifat kimia, status unsur hara, serta sifat fisika tanah. Selain untuk uji tanah, analisis tanah juga diperlukan untuk klasifikasi tanah dan evaluasi lahan. Uji tanah digunakan dalam penelitian kesuburan agar dapat memberikan rekomendasi pemupukan untuk perbaikan kesuburan tanah dan peningkatan hasil pertanian. 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 maupun industri pupuk.

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 menyelesaikan buku ini dengan baik, semoga dapat bermanfaat bagi para pembaca dan pengguna lainnya.

Bogor, Nopember 2009
Balai Penelitian Tanah
Kepala,

Dr. Ir. Sri Rochayati, MSc.
NIP. 19570616 198603 2 001

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI	ii
DAFTAR LAMPIRAN	iii
PENDAHULUAN	1
I. ANALISIS TANAH	
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. Cara Pipet	11
5.2. Cara Hidrometer	13
6. Penetapan P dan K Ekstrak HCl 25%	16
7. Penetapan P tersedia Metode Olsen	18
8. Penetapan P tersedia Metode Bray I	20
9. Penetapan Susunan Kation, dan Kapasitas Tukar Kation dengan Ekstrak NH_4Oac 1M, pH 7,0	22
10. Penetapan Karbon Organik	27
11. Penetapan Nitrogen Kjeldahl	28
II. ANALISIS TANAH KHUSUS DAN UJI TANAH	
1. Penetapan pH NaF.....	33
2. Penetapan Gypsum	34
3. Penetapan Daya Hantar Listrik (Salinitas)	36

4	Penetapan Kemasaman Dapat Diekstrak ($\text{BaCl}_2 - \text{TEA}$)	37
5.	Penetapan Erapan Fosfat	38
6.	Penetapan Retensi Fosfat	41
7.	Penetapan Fraksionasi Fosfor Anorganik.....	42
8.	Penetapan Fe, Al, Mn Ekstrak Dithionit Sitrat	45
9.	Penetapan Al, Fe, Si Ekstrak Oksalat	47
10.	Penetapan Fe, Al, Si Ekstrak Pirofosfat	49
11.	Penetapan Karbonat.....	51
12.	Penetapan Hara Makro dan Mikro Ekstrak Morgan Wolf	53
13.	Penetapan Unsur Makro dan Mikro Total cara pengabuan basah dengan campuran HNO_3 dan HClO_4	58
14.	Penetapan Logam Berat Total dalam tanah	64
15.	Penetapan Raksa dengan SSA cara Uap Dingin	67
16.	Penetapan Logam As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida.....	69
17.	Penetapan Ketersediaan Fe, Mn, Cu, dan Zn Ekstrak DTPA,...	72
18.	Penetapan Tekstur 10 fraksi Metode Pipet.....	74
19.	Penetapan Kemasaman Total Tanah	
	Penetapan Kemasaman Aktual Total	79
	Penetapan Kemasaman Potensial Total	80
20.	Penetapan Kebutuhan kapur	81
21.	Penetapan Kadar C-Asam Humat dan Asam Fulfat	83
22.	Penetapan Fosfor ekstrak CaCl_2 0,01 M.....	85

23. Penetapan Belerang ekstrak $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ 500 ppm P.....	87
24. Penetapan Potensial Redoks (E_H) tanah.....	89
25. Penetapan Kadar Serat Gambut.....	91
26. Penetapan Kadar Abu.....	91
27. Penetapan Kadar Silikat	92
I. Silikat Kasar	92
II. Silikat Total	93

III. ANALISIS JARINGAN/TANAMAN

1. Persiapan Contoh	95
2. Penetapan Kadar Air.....	95
3. Penetapan N Kjeldahl Cara Pengabuan Basah dengan H_2SO_4 ..	96
4. Penetapan Unsur Makro dan Mikro Total Cara Pengabuan Basah dengan HNO_3 dan HClO_4	99
5. Penetapan Unsur Hara Makro cara Pengabuan Basah dengan H_2SO_4 dan H_2O_2	105
6. Penetapan Unsur Logam Berat Total Cara Pengabuan Basah dengan HNO_3 dan HClO_4	110
7. Penetapan Raksa dengan SSA cara Uap Dingin.....	114
8. Penetapan As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida..	116
9. Penetapan Kadar Abu	118
10. Penetapan Kadar Silikat Total.....	119

IV. ANALISIS AIR IRIGASI

1. Persiapan contoh.....	
--------------------------	--

.....	121
2. Penetapan Kadar Lumpur.....	121
.....	121
3. Penetapan Daya Hantar Listrik.....	122
.....	122
4. Penetapan pH	123
.....	123
5. Penetapan Ca, Mg, K dan Na metode SSA.....	124
.....	124
6. Penetapan Fe, Al, Mn, Cu dan Zn metode SSA.....	126
.....	126
7. Penetapan Ammonium metode Biru Indofenol.....	127
.....	127
8. Penetapan Fosfat metode Biru Molibdat.....	129
.....	129
9. Penetapan Karbonat dan Bikarbonat metode Asidimetri	131
.....	131
10. Penetapan Klorida metode Argentometri.....	132
.....	132
11. Penetapan Sulfat metode Turbidimetri.....	133
.....	133
12. Penetapan Nitrat metode Brusin.....	135
.....	135
13. Penetapan Nitrat metode UV.....	136
.....	136
14. Penetapan Boron metode Azometin.....	137
.....	137
15. Penetapan Logam Berat (Pb, Cd, Co, Cr, Ni, Mo, Ag, Sn, Se) metode SSA nyala.....	139
.....	139
16. Penetapan Raksa metode Uap Dingin.....	142
.....	142
17. Penetapan As, Se, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida.....	143
.....	143

V. ANALISIS PUPUK

A. ANALISIS PUPUK ANORGANIK

1. Persiapan Contoh	147
2. Penetapan Kadar Air.....	147
3. Penetapan Nitrogen.....	149
4. Penetapan Biuret.....	155
5. Penetapan Fosfor dan Kalium Total.....	157
6. Penetapan Fosfor dan Kalium Ekstrak Asam Sitrat 2%.....	160
7. Penetapan Fosfor dan Kalium Ekstrak Air.....	163
8. Penetapan Unsur Makro, Mikro dan Logam Berat Total.....	165
9. Penetapan Raksa dengan SSA cara Uap Dingin.....	171
10. Penetapan As, Se, Sn, Sb dan Bi dengan SSA Sistem Hidrida..	172
11. Penetapan Besar Butir (kehalusan)	175
12. Penetapan Asam Bebas Ekstrak Air.....	175
13. Penetapan Asam Bebas Ekstrak Aseton.....	177
14. Penetapan Belerang.....	178
15. Penetapan Silikat.....	180
16. Penetapan Klor.....	181
17. Penetapan Daya Netralisasi Kapur.....	182

B. ANALISIS PUPUK ORGANIK

1. Persiapan Contoh dan Penetapan Kadar Bahan Ikutan.....	184
2. Penetapan Kadar Air.....	185
3. Penetapan pH.....	186

4.	Penetapan Kadar Abu.....	186
5.	Penetapan Nitrogen Total.....	187
6.	Penetapan Karbon Organik (Walkley & Black)	190
7.	Penetapan Unsur Makro dan Mikro Total.....	191
8.	Penetapan Logam Berat Total.....	194
9.	Penetapan Raksa dengan SSA cara Uap Dingin.....	196
10.	Penetapan Logam Berat dengan SSA Sistem Hidrida.....	198
11.	Penetapan Kapasitas Tukar Kation.....	200
	DAFTAR BACAAN	203

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Kondisi alat untuk pengukuran unsur-unsur.....	205
Lampiran 2.	Pedoman penyajian laporan hasil analisis.....	209
Lampiran 3.	Kriteria penilaian hasil analisis tanah.....	211
Lampiran 4.	Segitiga tekstur	212
Lampiran 5.	Persyaratan logam berat dalam tanah dan tanaman.....	213
Lampiran 6.	Persyaratan kualitas air baku.....	214

Lampiran 7. Definisi dan syarat-syarat mutu beberapa pupuk yang penting
.....
215

I. PENDAHULUAN

1.1. 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 2005. Semua metode yang ditulis digunakan untuk melaksanakan analisis tanah, tanaman, air irigasi dan pupuk di Laboratorium Kimia, Balai Penelitian Tanah. 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. Pengambilan contoh juga 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.

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 ini yang ada sekarang 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.

1.2. 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 di masa 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 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 $\frac{2}{3} \times \% \text{ SBR Horwitz}$ 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 1.1. 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 $\{(konsentrasi\ contoh\ spike - contoh\ asal)/konsentrasi\ spike\} \times 100\%$. Metode yang baik memberikan nilai perolehan kembali sekitar 90-110 % hingga 95-105%.

Tabel 1.1. Rekomendasi maksimum simpangan baku relatif dari keterulangan yang dapat diterima pada konsentrasi analit yang berbeda

Konsentrasi analit	Maksimum simpangan baku relatif
	% *
500 g kg ⁻¹	1
100 g kg ⁻¹	2
10 g kg ⁻¹	3
1 g kg ⁻¹	4
100 mg kg ⁻¹	5
10 mg kg ⁻¹	7
1 mg kg ⁻¹	11
100 µg kg ⁻¹	15
10 µg kg ⁻¹	21
1 µg kg ⁻¹	30
0,1 µg kg ⁻¹	43

* (Simpangan baku/rata-rata) x 100 %

Kesalahan perhitungan berakibat fatal. Kesalahan ini meliputi kesalahan faktor-faktor pengali/pembagi seperti faktor pengenceran, penimbangan, dan konversi bentuk unsur/senyawa, misalnya konversi PO₄³⁻ ke P₂O₅. 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 °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 °C.

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 Balai Penelitian Tanah menjadi anggota dari program uji silang Wageningen, Belanda (WEPAL = *Wageningen Evaluating Programmes for Analytical Laboratories*) untuk tanah (ISE = *International Soil-Analytical Exchange Programme*) dan jaringan

tanaman (IPE= *International Plant-Analytical Exchange Programme*). Selain itu Balai Penelitian Tanah juga mengkoordinasikan program uji silang analisis tanah dan tanaman secara nasional yang pada saat ini beranggotakan tujuh puluh dua laboratorium tanah yang tersebar di seluruh Indonesia. Program yang terakhir ini merupakan bagian dari program uji profisiensi Komite Akreditasi Nasional yang dipersyaratkan bagi laboratorium tanah yang telah dan akan diakreditasi.

DAFTAR ACUAN

- 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.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71. Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 64 hlm.
- Sudjadi, M., I.M. Widjik S., dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 166 hlm.
- Sudjadi, M. dan I. M. Widjik S. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi. Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.45 hlm

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

- a. Contoh disebarakan di atas tampah yang dialasi kertas sampul. Label karton yang berisi nomor laboratorium contoh diselipkan di bawah kertas.
- b. Akar-akar atau sisa tanaman segar, kerikil dan kotoran lain dibuang.
- c. Bongkahan besar dikecilkan dengan tangan.
- d. Simpan pada rak di ruangan khusus bebas kontaminan yang terlindung dari sinar matahari atau dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 40 °C.

1.3 Penumbukan/pengayakan

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

- a. Contoh ditumbuk pada lumpang porselen atau mesin giling dan diayak dengan ayakan dengan ukuran lubang 2 mm.
- b. Simpan dalam botol yang sudah diberi nomor contoh.
- c. 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 bersih 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

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

2.3 Cara kerja

Timbang 5,000 g contoh tanah kering udara dalam piring aluminium yang telah diketahui bobotnya. Keringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 3 jam. Angkat piring 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 – kadar air)

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. 4th ed. p.100.
- Sudjadi, M., I.M., Widjik S., dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 166 hlm.

3. Penetapan pH Tanah

3.1 Dasar penetapan

Nilai pH menunjukkan konsentrasi ion H⁺ dalam larutan tanah, yang dinyatakan sebagai $-\log[H^+]$. Peningkatan konsentrasi H⁺ menaikkan potensial larutan yang diukur oleh alat dan dikonversi dalam skala pH. Elektrode gelas merupakan elektrode selektif khusus H⁺, 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 sudah terdiri atas elektrode pembanding dan elektrode gelas (elektrode kombinasi).

Konsentrasi H⁺ yang diekstrak dengan air menyatakan kemasaman aktif (aktual) sedangkan pengestrak 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 Perekasi

- 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 H₂O) dan 50 ml KCl 1 M ke dalam botol lainnya (pH KCl). Kocok dengan mesin pengocok selama 30 menit. Suspensi tanah diukur dengan pH meter yang telah dikalibrasi menggunakan larutan sangga pH 7,0 dan pH 4,0. Laporkan nilai pH dalam satu desimal.

Catatan:

- Prosedur diatas menggunakan rasio tanah : pengestrak sebesar 1:5
- Rasio dapat berubah sesuai jenis contoh dan permintaan

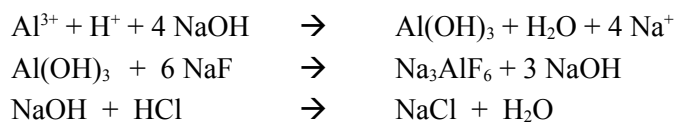
DAFTAR ACUAN

- ISRIC, 1993. Procedures for Soil Analysis. *In* van Reeuwijk, L.P. (Ed.) Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands. 4th ed. p.100.
- Sudjadi, M., I.M. Widjik S., dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 166 hlm.

4. Penetapan Kemasaman Dapat Ditukar

4.1 Dasar penetapan

Kemasaman dapat ditukar terdiri atas Al³⁺ dan H⁺ yang dijerap pada koloid tanah. Al³⁺ dan H⁺ ini dapat ditukar oleh K⁺ dari pengestrak KCl 1 M, sehingga masuk ke dalam larutan. Al³⁺ dan H⁺ dalam larutan dapat dititar dengan larutan NaOH baku menghasilkan endapan Al(OH)₃ dan air. Untuk penetapan Al-dd, Al(OH)₃ direaksikan dengan NaF yang menghasilkan 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. Kerjakan analisis blanko.

4.5 Perhitungan

Kemasaman dapat ditukar (dd)

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

$$\text{Al-dd (cmol(+)/kg}^{-1}) = (T_2 - T_{b2}) \times N \text{ HCl} \times 50/10 \times 1000/5 \times 10^{-1} \times f_k$$

$$= (T_2 - T_{b2}) \times N \text{ HCl} \times 100 \times f_k$$

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

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

Catatan:

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

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. 4th ed. p.100.
- Sudjadi, M., I.M. Widjik S., dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 166 hlm.

5. Penetapan Tekstur 3 Fraksi

5.1 Penetapan tekstur cara pipet

5.1.1 Dasar penetapan

Bahan organik dioksidasi dengan H_2O_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 800 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

- H₂O₂ 30%
- H₂O₂ 10%
H₂O₂ 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 Na₄P₂O₇ 4%
Larutkan 40 g Na₄P₂O₇ · 10 H₂O dengan H₂O dan diimpitkan hingga 1 l.

5.1.4. Cara kerja

Timbang 10,000 g contoh tanah < 2 mm, dimasukkan ke dalam piala gelas 800 ml, ditambah 50 ml H₂O₂ 10% kemudian dibiarkan semalam. Keesokan harinya ditambah 25 ml H₂O₂ 30%, dipanaskan sampai tidak berbusa, selanjutnya ditambahkan 180 ml air bebas ion dan 20 ml HCl 2N. Didihkan di atas 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 Berkefield atau dienap-tuangkan sampai bebas asam, kemudian ditambah 10 ml larutan peptisator Na₄P₂O₇ 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 pemipetan 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 pemipetan 20 ml.

5.1.5 Perhitungan

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

$$\text{Pasir (\%)} = A / \{A + 25 (B - 0,0095)\} \times 100$$

$$\text{Debu (\%)} = \{25(B - C)\} / \{A + 25 (B - 0,0095)\} \times 100$$

$$\text{Liat (\%)} = \{25 (C - 0,0095)\} / \{A + 25 (B - 0,0095)\} \times 100$$

Keterangan

$$\begin{aligned}A &= \text{berat pasir} \\ B &= \text{berat debu + liat + peptisator} \\ C &= \text{berat liat + peptisator} \\ 100 &= \text{konversi ke \%}\end{aligned}$$

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.

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 g l⁻¹.

Berdasarkan pengalaman di Pusat Penelitian Tanah dan Agroklimat tekstur tanah yang diperoleh dengan cara ini hasilnya mendekati cara pipet.

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. Dengan cara yang sama, tetapi tanpa contoh, dibuat penetapan blanko.

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:

$$\text{Tanah kering } 105^{\circ}\text{C} = (25/\text{fk}) \text{ g}$$

$$\text{Bahan organik} = (25\text{C}/100) \text{ g}$$

$$\text{Pasir + debu + liat} = (25/\text{fk}) - (25\text{C}/100) \text{ g}$$

$$\text{Liat} = \{(B - b)/2\} \text{ g}$$

$$\text{Debu} = \{(A - a)/2 - (B - b)/2\} \text{ g}$$

$$\text{Pasir} = (25/\text{fk}) - (25\text{C}/100) - (A - a) \text{ g}$$

Dengan demikian:

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

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

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

Keterangan:

A = fraksi campuran debu - liat (g l⁻¹)

a = blanko pada pembacaan 1

B = fraksi liat (g l⁻¹)

b = blanko pada pembacaan 2

C = persen bahan organik (% C-organik x 1,724)

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

2 = konversi kadar suspensi dari g l⁻¹ ke g 500 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 pengekstrak HCl 25%. Pengekstrak 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 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 H_2O $(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ 0,5 K dan secara perlahan 140 ml H_2SO_4 pekat. 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 1.000 ppm PO_4 (Titrisol)
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk 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 PO_4
Pipet 50 ml standar induk 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.

- ◆ Standar 200 ppm K
Pipet 50 ml dari standar induk 1.000 ppm K ke dalam labu ukur 250 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- ◆ Deret standar 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 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; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ppm)
Pipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10 ml standar 200 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 ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 9,5 ml air bebas ion (pengenceran 20 x) dan dikocok. Pipet 2 ml ekstrak contoh encer dan deret standar masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 10 ml larutan pereaksi pewarna P dan dikocok. Dibiarkan selama 30 menit, lalu ukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm.

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

6.5 Perhitungan

Kadar P potensial ($\text{mg P}_2\text{O}_5$ 100 g^{-1})

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml}) \times 100 \text{ g (g contoh)}^{-1} \times \text{fp} \times (142/190) \times \text{fk}}{\text{fk}} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10/1.000 \times 100/2 \times 20 \times 142/190 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10 \times 142/190 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar K potensial ($\text{mg K}_2\text{O}$ 100 g^{-1})

$$= \text{ppm kurva} \times 10 \times 94/78 \times \text{fk}$$

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 (20)
142/190	=	faktor konversi bentuk PO_4 menjadi P_2O_5
94/78	=	faktor konversi bentuk K menjadi K_2O

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.

7. Penetapan Fosfor Tersedia Metode Olsen

7.1 Dasar penetapan

Fosfat dalam suasana netral/alkalin, dalam tanah akan terikat sebagai Ca, Mg- PO_4 . Pengekstrak NaHCO_3 akan mengendapkan Ca, Mg- CO_3 sehingga PO_4^{3-} dibebaskan ke dalam larutan. Pengekstrak ini juga dapat digunakan untuk tanah masam. Fosfat pada tanah masam terikat sebagai Fe, Al-fosfat. Penambahan pengekstrak NaHCO_3 pH 8,5 menyebabkan terbentuknya Fe, Al-hidroksida, sehingga fosfat dibebaskan. Pengekstrak 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

- Pengekstrak NaHCO_3 0,5 M, pH 8,5
Larutkan 42,0 g 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 H_2SO_4 pekat. Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- Pereaksi pewarna P
Campurkan 1,06 g asam askorbat dan 100 ml pereaksi P pekat. Tambahkan 25 ml H_2SO_4 4N, kemudian dijadikan 1 l dengan air bebas ion. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- Standar induk 1.000 ppm PO_4 (Titrisol)

Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk 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 PO_4
Dipipet 10 ml larutan standar induk 1.000 ppm PO_4 ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Deret standar PO_4 (0-20 ppm)
Dipipet berturut-turut 0; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ml larutan standar 100 ppm 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.

7.5 Perhitungan

Kadar P_2O_5 tersedia (ppm)

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

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_4 menjadi P_2O_5
fk = faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

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. 4th ed. p.100.
- 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.

Watanabe, F.S. and R. Olsen. 1965. Test of an ascorbic acid methods for determination of phosphorus in water and NaHCO_3 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_4F yang terkandung dalam pengestrak Bray akan membentuk senyawa rangkai dengan Fe & Al dan membebaskan ion PO_4^{3-} . Pengestrak 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.
- Pengestrak Bray dan Kurts I (larutan 0,025 N HCl + NH_4F 0,03 N)
Ditimbang 1,11 g hablur NH_4F , 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 $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dengan 100 ml air bebas ion dalam labu ukur 1 l. Tambahkan 0,277 g H_2O $(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ 0,5 K dan secara perlahan 140 ml H_2SO_4 pekat. Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- Perekasi pewarna P
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_4 (Titrisol)
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk 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 PO₄
Pipet 10 ml larutan standar induk 1.000 ppm PO₄ ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Deret standar PO₄ (0-20 ppm)
Pipet berturut-turut 0; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ml larutan standar 100 ppm PO₄ ke dalam labu ukur 100 ml, diencerkan dengan pengekstrak Olsen 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.

8.5 Perhitungan

Kadar P₂O₅ tersedia (ppm)

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

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 ₂ O ₅
fk	=	faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % 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, 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.
- 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.

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 1M, 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 (Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ dan Na^+) ditetapkan dengan SSA. 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. Pereaksi

Perkolasi

- Amonium asetat 1 M, pH 7,0
Ditimbang 77,08 g serbuk 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 NH₄-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 250 ppm K, 100 ppm Na, 50 ppm Mg, 250 ppm Ca.

Dipipet masing-masing:

- 25,0 ml standar pokok 1.000 ppm K
- 10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Na
- 5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mg
- 25,0 ml standar pokok 1.000 ppm Ca

Dicampurkan dalam labu ukur 100 ml, ditambah 25 ml NH₄-asetat 4 M, pH 7,0, kemudian diimpitkan.

- Deret standar campur K (0-250 ppm), Na (0-100 ppm), Ca (0-250 ppm), dan Mg (0-50 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 NH₄-Ac 1 M, pH 7.

- Larutan La 2,5%

Ditimbang 44,14 g LaCl₃, 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.

KTK cara kolorimetri

- Larutan Fenol
Ditimbang 80 g serbuk NaOH p.a. dan dilarutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion secara perlahan sambil diaduk. Setelah dingin ditambahkan 125 g serbuk Fenol, kemudian diencerkan dengan air bebas ion dan diimpitkan sampai garis 1 l.
- Larutan sangga Tartrat
Ditimbang 80 g serbuk NaOH p.a. dan dilarutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion. Setelah dingin tambahkan 50 g K, Na-tartrat dan aduk hingga larut. Diimpitkan dengan air bebas ion sampai tepat 1 l.
- Natrium hipoklorit (NaOCl) 5%

- Standar pokok 2.500 m.e. $\text{NH}_4^+ \text{I}^{-1}$
Ditimbang 16,500 g serbuk $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ p.a. ke dalam labu ukur 100 ml. Larutkan dengan air bebas ion dan impitkan hingga tepat 100 ml.
- Standar $\text{NH}_4^+ 0$ dan 25 m.e. I^{-1}
Dipipet standar 2500 m.e. $\text{NH}_4^+ \text{I}^{-1}$ sebanyak 1 ml, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml etanol 96% dan diimpitkan dengan larutan NaCl 10%. Dengan cara yang sama, tapi tanpa pemipetan larutan standar dibuat standar 0.
- Deret standar 0 – 25 m.e. $\text{NH}_4^+ \text{I}^{-1}$
Dipipet ke dalam tabung reaksi masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 25 me NH_4^+ . 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_{dd}: 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 dengan cara destilasi atau kolorimetri.

1. Pengukuran kation_{dd} (Ca, Mg, K, Na)

Perkolat $\text{NH}_4\text{-Ac}$ (S) dan deret standar K, Na, Ca, Mg masing-masing dipipet 1 ml ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 9 ml larutan La 0,25% 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_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_2SO_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 NH_4^+ (KTK) dapat pula ditetapkan dengan metode Biru Indofenol. Pipet masing-masing 0,5 ml perkolat NaCl dan deret standar NH_4^+ (0; 2,5; 5; 10; 15; 20 dan 25 m.e.l⁻¹) 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 encer 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 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.

9.5 Perhitungan

Kation_{ad} (cmol (+)kg⁻¹) (S)

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

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:

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

Cara kolorimetri:

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

$$\text{Kejenuhan basa} = \text{S/T} \times 100 \%$$

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(+))kg⁻¹

T = kapasitas tukar kation (cmol(+))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, 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.
- 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 Cr^{6+} yang berwarna jingga menjadi 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 561 nm.

10.2 Alat-alat

- Neraca analitik
- Spektrofotometer
- Labu ukur 100 ml
- Dispenser 10 ml

10.3 Pereaksi

- Asam sulfat pekat
- Kalium dikromat 1 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 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1 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 561 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

Kadar C-organik (%)

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

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, 2nd 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.
- 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.

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, NH_3 yang dibebaskan diikat oleh asam borat dan dititar dengan larutan baku H_2SO_4 menggunakan penunjuk Conway. Cara spektrofotometri menggunakan metode pembangkit warna indofenol biru.

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 atau Spektrofotometer

11.3 Pereaksi

Destruksi

- Asam sulfat pekat (95-97 %)
- Campuran selen p.a. (tersedia di pasaran) atau
Dibuat dengan mencampurkan 1,55 g CuSO_4 anhidrat, 96,9 g Na_2SO_4 anhidrat dan 1,55 g selen kemudian dihaluskan.

Destilasi

- Asam borat 1%
Dilartukan 10 g H_3BO_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)
- H_2SO_4 4 N
Masukan 111 ml H_2SO_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 H_2SO_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

- 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.

- ◆ Standar 20 ppm N
Buat 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
Pipet 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
Timbang 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. Diencerkan dengan air bebas ion sampai 1 l.
- ◆ Larutan sangga Tartrat
Timbang 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. Encerkan dengan air bebas ion sampai 1 l.
- ◆ Natrium hipoklorit (NaOCl) 5 %

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°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 kualitatif 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 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 H₂SO₄ 0,050 N hingga warna merah muda. Catat volume titar contoh (V_c) dan blanko (V_b).

Pengukuran N dengan spektrofotometer

Pipet ke dalam tabung reaksi masing-masing 2 ml ekstrak 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 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.

11.5 Perhitungan

Cara destilasi:

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

Keterangan:

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

Cara Spektrofotometri:

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

Keterangan:

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

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.

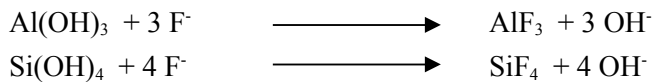
- American Society of Agronomy and Soil Science Society of America. 1982. Methods of soil analysis, 2nd ed., Part 2. *In* Page, A.L., R.H. Miller, and D.R. Keeney (*Eds.*). Chemical and microbiological properties. Madison, Wisconsin, USA. p. 1159.
- Black, C.A. 1965. Methods of soil analysis. Part 2, Agronomy 9. p. 771-1 *In* Chemical and Mikrobiological Properties. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.
- 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.

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 (OH^-). Semakin banyak bahan amorf dalam tanah, maka akan lebih banyak pula OH^- yang dihasilkan, sehingga akan meningkatkan pH tanah. Reaksinya dapat diilustrasikan seperti berikut ini.



Sebagian besar komponen tanah bereaksi dengan NaF melepaskan 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. 4th 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.

1. 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 25.000 ppm La

Timbang 29,32 g La_2O_3 , ditambah 100 ml HCl 25% dilarutkan dengan air bebas ion, kemudian diimpitkan tepat 1 l dan dikocok atau 67,0 gram $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ditambah 15 ml HCl 25% dilarutkan dalam satu liter air bebas ion.

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 (%)

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

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 gipsum 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 % gypsum

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

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

DAFTAR ACUAN

- 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.
- 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. 4th 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 Preaksi

- Air bebas ion yang bebas CO_2
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat semua preaksi 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°C selama 2 jam atau 0,7455 g KCl p.a. yang telah dikeringkan pada 110°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 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. 4th 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. Widjik S., dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 166 hlm.

4. Penetapan Kemasaman Dapat Diekstrak (BaCl_2 -TEA)

4.1. Dasar penetapan

Contoh dikocok dengan larutan sangga 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 BaCl_2 -TEA 0,25 M

Dilarutkan 61 g BaCl₂.2H₂O 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
Dilarutkan standar titrisol 0,1000 N HCl ke dalam labu ukur, impitkan dengan air bebas ion.
- Larutan Bromokresol green 0,1%
Dilarutkan 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

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

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 ⁻¹	=	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_2 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 CaCl_2 0,1 M
Larutkan 14,7 g $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan air bebas ion hingga 1l.
- Larutan CaCl_2 0,01 M
Larutan CaCl_2 0,1 M diencerkan 10 x dengan air bebas ion.
- Larutan 500 ppm P
Larutkan 2,1954 KH_2PO_4 p.a. (yang telah dikeringkan pada 130 °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 K $(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ 0,5 H_2O dan secara perlahan 140 ml H_2SO_4 pekat. Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- Pereaksi pewarna P
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 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 pipet 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 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 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 CaCl_2 0,01 M sehingga volume masing-masing menjadi 10 ml. Bila menggunakan standar 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 2x30 menit 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 di erap $\text{fk} = (\text{P ditambahkan} - \text{P larutan tanah}) \times 10 \times \text{fk}$
- ($\mu\text{g P/g tanah}$) ($\mu\text{g P/ml}$) ($\mu\text{g P/ml}$)
- Dibuat kurva hubungan P dalam larutan (sumbu x) dengan P di erap (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 di erap 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 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 KH_2PO_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 vanadat
Larutkan 0,5 g amonium vanadat (NH_4VO_3) dalam 500 ml air bebas ion mendidih, dinginkan dan tambahkan perlahan 70 ml HNO_3 pekat. Encerkan larutan hingga 1 l dengan air bebas ion.
- Larutan amonium molibdat
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 (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 $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ 0,5 H_2O dan secara perlahan 140 ml H_2SO_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 PO_4 (Titrisol)
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk 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 PO_4
Dipipet 10 ml larutan standar induk 1.000 ppm PO_4 ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Standar 10 ppm PO_4
Dipipet 10 ml larutan standar 100 ppm PO_4 ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Deret standar PO_4 (0-2 ppm)
Dipipet berturut-turut 0; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ml larutan standar 10 ppm PO_4 ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan pengekstrak yang digunakan untuk fraksi P yang bersangkutan hingga 100 ml.
 - Larutan NH_4Cl 1 N
Ditimbang 53,49 g NH_4Cl diencerkan dengan air bebas ion menjadi 1 l
 - Larutan NH_4F 0,5 N
Ditimbang 18,52 g NH_4F diencerkan dengan air bebas ion menjadi 1 l
 - Larutan natrium dithionit sitrat
Ditimbang 88,23 g natrium sitrat dan 17 g $\text{N}_2\text{S}_2\text{O}_4$ diencerkan dengan air bebas ion menjadi 1 l
 - Larutan NaOH 1 N
Ditimbang 40 g NaOH diencerkan dengan air bebas ion menjadi 1 l

- Larutan H₂SO₄ 0,5 N
Dipipet 50 ml H₂SO₄ 10 N diencerkan dengan air bebas ion menjadi 1 l

7.4. Cara kerja

Fraksi I (NH₄Cl – P/ P-tersedia)

Ditimbang 0,5 g contoh tanah ke dalam tabung sentrifusi, ditambah 25 ml NH₄Cl 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 PO₄ 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 (NH₄F-P/Al-P)

Residu tanah pada fraksi I diekstrak dengan 25 ml NH₄F 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 PO₄ ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan 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 (NaOH-P/ Fe-P)

Residu tanah pada fraksi II dicuci dengan larutan NaCl jenuh sebanyak 2 x 12,5 ml disentrifuse dan dibuang larutan pencucinya, kemudian diekstrak dengan 25 ml 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 H₂SO₄ pekat hingga koloid mengendap. Dipipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung reaksi, ditambahkan 4 ml H₂O 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 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 HClO₄ 65% dan 2 ml HNO₃ 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 2500 rpm. Supernatan dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan 1-4 tetes H₂SO₄ 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.

Fraksi VI (H₂SO₄-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 H₂SO₄ 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 PO₄ 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.

7.5. Perhitungan

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

Keterangan:

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

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 pengeksrak 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 campuran 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 Recuwijh, L.P. (Ed.). Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen. The Netherlands. 4th 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. Perekasi

- Amonium oksalat asam 0,2 M pH 3
Ditimbang 81,00 g 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 NH_4 -oksalat atau asam oksalat dan tambahkan air bebas hingga 5 L.
Larutan NH_4 -oksalat untuk menaikkan pH
Timbang 16,00 g 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 (50 ppm)
Dipipet 10 ml standar Fe (100 ppm), 5 ml standar induk Al (1.000 ppm) dan 5 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 (0-50 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 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	5	10	20	30	40	50	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:

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 Recuwijh, L.P. (Ed.). Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen. The Netherlands. 4th 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. Perekasi

- 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.
 - 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 campuran 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 campuran 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:

<u>S0</u>	<u>S1</u>	<u>S2</u>	<u>S3</u>	<u>S4</u>	<u>S5</u>	<u>S6</u>	
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 ($< 0,5 \text{ mm}$), 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:

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

DAFTAR ACUAN

ISRIC, 1993. Procedure for Soil Analysis. *In* van Recuwijh, L.P. (Ed.). Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen. The Netherlands. 4th 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 (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 (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 CO₂
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 gram pp dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml diencerkan menggunakan alkohol sampai dengan 100 ml, Kocok
- CaCO₃ G.R.

11.4. Cara Kerja

Ditimbang masing-masing 5,00 gram contoh tanah dan 0,500 gram serbuk CaCO₃ (sebagai contoh standar) ke dalam botol kocok. Ditambahkan 100 ml HCl 0,2 N, kocok dengan tangan. Tutup botol dipasang longgar (keluar CO₂) 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 penitaran dicatat.

Penitaran dilakukan juga untuk standar CaCO₃ dan blanko.

11.5. Perhitungan

Setara CaCO₃ (%)

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

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

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_3

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. 4th edition. p. 100

2. 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.

Penambahan DTPA ke dalam pengekstrak Morgan meningkatkan kemampuan mengekstrak logam-logam. Pengekstrak Morgan Wolf ini digunakan untuk menetapkan ketersediaan unsur-unsur makro NH_4^+ , NO_3^- , P, K, Ca, Mg, SO_4^{2-} serta unsur-unsur mikro Fe, Mn, Cu, Zn dan B dari tanah. Pengekstrak ini cocok untuk tanah ber-pH masam sampai hampir netral.

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-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-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-NH_4^+
Dipipet 0, 1, 2, 4, 6, 8 dan 10 ml standar 20 ppm N-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
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. 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%
- Standar pokok 1.000 ppm N-NO_3^-
Dilarutkan 7,218 g serbuk KNO_3 p.a. (kering 105 °C) dengan air bebas ion di dalam labu ukur hingga 1 l.
- Standar pokok 1.000 ppm S-SO_4^{2-}
Ditimbang 5,4459 g K_2SO_4 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_4^{2-} dan 10 ppm N-NO_3^-

Dipipet 5 ml standar pokok 1.000 ppm S-SO₄²⁻ dan 1 ml standar pokok 1.000 ppm N-NO₃⁻ ke dalam labu ukur 100 ml. Encerkan dengan pengekstrak Morgan-Wolf hingga 100 ml.

- Deret standar campur SO₄²⁻(0-50 ppm S) dan NO₃⁻ (0-10 ppm N)
Dipipet standar campur 50 ppm S-SO₄²⁻ dan 10 ppm N-NO₃⁻ sebanyak 0, 1, 2, 4, 6, 8 dan 10 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan pengekstrak Morgan-Wolf.
- Larutan brucine 2%
Dilartukan 2 g brucine dengan pengekstak Morgan-Wolf hingga 100 ml.
- H₂SO₄ pekat (95-97%) p.a.
- Larutan BaCl₂-Tween
Ditimbang 3 g serbuk BaCl₂ 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 BaCl₂ 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 50 ml CH₃COOH glasial (100%) p.a., 20 ml HCl pekat (37%) p.a. dan 20 ml H₃PO₄ pekat (70%) p.a., kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 l.
- Pereaksi P pekat
Dilartukan 12 g (NH₄)₆ Mo₇O₂₄.4H₂O dalam 100 ml air. Tambahkan 140 ml H₂SO₄ pekat dan 0,227 g K (SbO)C₄H₄O₆.0,5 H₂O. Jadikan 1 l dengan air bebas ion.
- Pereaksi pewarna P pekat
Ditimbang 0,53 g asam ascorbat ke dalam labu ukur 100 ml, ditambah 50 ml pereaksi P pekat dan diencerkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar pokok P 500 ppm
Dilartukan 2,1954 g KH₂PO₄ p.a. (kering 40°C) dengan air bebas ion dalam labu ukur 1.000 ml, ditambah beberapa tetes kloroform, kemudian diimpitkan sampai tanda garis. Dapat pula digunakan standar pokok PO₄³⁻ dari Titrisol.
- Standar P 50 ppm
Dipipet 10 ml standar pokok 500 ppm P ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 25 ml pengekstrak Morgan-Wolf pekat empat kali 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 pengekstrak Morgan-Wolf 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 pengekstrak Morgan-Wolf sehingga volume masing-masing menjadi 10 ml. Bila menggunakan standar PO_4^{3-} , deret standar dibuat dengan kepekatan 0 – 4 ppm.

- Standar campur 250 ppm K, 50 ppm Mg, 250 ppm Ca.

Dipipet masing-masing:

25,0 ml standar pokok 1.000 ppm K

25,0 ml standar pokok 1.000 ppm Ca

5,0 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.

- Deret standar campur K (0-250 ppm), Ca (0-250 ppm), dan Mg (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 Morgan-Wolf.

- Larutan La 0,25%

Ditimbang 4,41 g LaCl_3 , dilarutkan dengan air bebas ion dan diimpitkan tepat 1 l.

- Standar pokok Fe, Al, Mn, Cu dan Zn masing-masing 1.000 ppm

Gunakan larutan standar Titrisol.

- Deret standar Al (100 ppm)

Dipipet 10 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 (0-100 ppm)

Dipipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 100 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
Dilartukan 100 g NH_4 -Asetat, 10 g EDTA-4Na dan nitrilotriaceticacid (NTA) dengan 160 ml air bebas ion di dalam botol plastik. Ditambahkan perlahan 50 ml asam asetat glasial dan diaduk hingga homogen.
- Azomethine-H
Dilartukan 0,25 g azomethine-H dan 1 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 NH_4^+

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 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.

12.4.2 Pengukuran 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 H_2SO_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 494 nm.

12.4.3 Pengukuran P

Dipipet masing-masing 5 ml ekstrak contoh dan deret standar P ke dalam tabung kimia. 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.

12.4.4 Pengukuran K, Ca dan Mg

Dipipet 1 ml ekstrak dan deret standar masing-masing ke dalam tabung kimia dan ditambahkan 9 ml larutan La 0,25%. Kocok menggunakan pengocok tabung sampai homogen. Ca dan Mg diukur dengan SSA dan K diukur dengan alat Flamephotometer dengan deret standar sebagai pembanding.

12.4.5 Pengukuran S

Dipipet masing-masing 2 ml ekstrak dan deret standar S ke dalam tabung kimia. Ditambahkan masing-masing 7 ml asam campur dan 2,5 ml larutan BaCl₂-tween kemudian kocok dengan pengocok tabung sampai homogen. Biarkan 5 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 N₂O-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

Kadar unsur makro dan mikro (ppm)

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

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_3 dan HClO_4

13.1 Dasar Penetapan

Unsur makro dan mikro total dalam tanah dapat diekstrak dengan cara pengabuan basah menggunakan campuran asam pekat HNO_3 dan HClO_4 . 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)

13.3 Pereaksi

- HNO_3 pekat (65 %) p.a.
- HClO_4 pekat (60 %) p.a.
- Standar 0 (larutan HClO_4 0,6 %)
Dipipet 1 ml 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 100 x).
- Pereaksi P pekat
Dilartukan 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 H_2SO_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, kemudian dijadikan 1 l dengan air murni. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- Standar pokok 500 ppm P

Dilarutkan 2,1954 g KH_2PO_4 p.a. (yang telah dikeringkan pada 130°C selama 2 jam) dengan air bebas ion dalam labu ukur 1.000 ml, ditambah beberapa tetes kloroform, kemudian diimpitkan sampai tanda garis. Dapat pula digunakan standar pokok PO_4^{3-} dari Titrisol.

- Standar 50 ppm P
Dipipet 10 ml standar pokok 500 ppm P ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 1 ml HClO_4 pekat dan kemudian diimpitkan dengan air bebas ion.
- Deret standar P (0-50 ppm)
Dipipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 50 ppm P ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 sehingga volume masing-masing menjadi 10 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10; 20; 30; 40; dan 50 ppm P
Bila menggunakan standar PO_4^{3-} , deret standar dibuat dengan kepekatan 0 – 200 ppm. Deret standar ini akan memiliki kepekatan: 0; 20; 40; 80; 120; 160; dan 200 ppm PO_4^{3-}
- Standar pokok 1.000 ppm S
Ditimbang 5,4459 g K_2SO_4 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_4 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_4 0,6%. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10; 20; 30; 40; 50 ppm S
- Larutan BaCl_2 -Tween
Ditimbang 3 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 50 ml CH_3COOH glasial (100%) p.a., 20 ml HCl pekat (37%) p.a. dan 20 ml H_3PO_4 pekat (70%) p.a., kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 l.
- Standar campur 250 ppm K, 100 ppm Na, 50 ppm Mg, 250 ppm Ca.
Dipipet masing-masing:
25,0 ml standar pokok 1.000 ppm K
10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Na

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 perlahan 1 ml HClO₄ pekat, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.

- Deret standar campur K (0-250 ppm), Na (0-100 ppm), Ca (0-250 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 HClO₄ 0,6%. Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	25	50	100	150	200	250	ppm K
0	10	20	40	60	80	100	ppm Na
0	25	50	100	150	200	250	ppm Ca
0	1	2	4	6	8	10	ppm Mg

- Larutan La 2,5%
Ditimbang 44,14 g LaCl₃, 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 (0-100 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 HClO₄ pekat dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 10; 20; 40; 60; 80; dan 100 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 ZnDicampurkan 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 HClO₄ 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 H₃BO₃ 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

Dilarutkan 100 g NH₄-Asetat, 10 g EDTA-4Na dan nitrilotriacetic acid (NTA) dengan 160 ml air bebas ion di dalam botol plastik. Ditambahkan perlahan 50 ml asam asetat glasial dan diaduk hingga homogen.

- Azomethine-H

Dilarutkan 0,25 g azomethine-H dan 1 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

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.

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 1 ml ekstrak contoh dan deret standar P ke dalam tabung kimia. Tambahkan 9 ml air bebas ion dan kocok (pengenceran 10x). Dipipet masing-masing 1 ml ekstrak encer contoh dan deret standar ke dalam tabung reaksi. 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.

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 larutan La 0,25% (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

Dipipet masing-masing 1 ml ekstrak dan deret standar S ke dalam tabung kimia. Ditambahkan masing-masing 7 ml asam campur dan 2,5 ml larutan BaCl₂-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 N₂O-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 (%)
= ppm kurva x ml ekstrak/1.000 ml x 100/mg contoh x fp x fk
= ppm kurva x 50/1.000 x 100/500 x 10 x fk
= ppm kurva x 0,1 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 100/500 x 50 x fk
= ppm kurva x 0,5 x fk

Kadar S (%)
= ppm kurva x 50/1.000 x 100/500 x fk
= ppm kurva x 0,01 x fk

Kadar Fe, Al, Mn, Cu, Zn dan B (ppm)
= ppm kurva x ml ekstrak/1.000 ml x 1.000 g (g contoh)⁻¹ x fk
= ppm kurva x 50/1.000 x 1.000/0,5 x fk
= ppm kurva x 100 x fk

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 – % 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. 17th ed.
- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of reference methode for soil testing The Camcil 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 HNO_3 dan 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)

14.3 Pereaksi

- HNO_3 pekat (65%) p.a.
- HClO_4 pekat (60%) p.a.
- Standar 0 (larutan HClO_4 1%)

Dipipet 10 ml 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

Ditimbang teliti 2,500 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. Mg dengan metode Nyala menggunakan campuran gas N₂O dan asetilin, unsur lainnya campuran udara asetilin.

14.5. Perhitungan

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

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 HNO_3 dan HClO_4 . Hg dalam analit direduksi dengan 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_3 pekat (65%) p.a.
- HClO_4 pekat (60%) p.a.
- H_2SO_4 pekat (95-97%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi ($\text{DHL} < 1 \mu \text{S cm}^{-1}$)
- Standar pokok 1.000 ppm Hg (Titrisol)
- Standar 0 (larutan HClO_4 1%)
Dipipet 10 ml 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 1 ppm Hg:
Pipet 1 ml standar pokok Hg ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Deret standar Hg: 0; 10; 20; dan 30 ppb Hg

Pipet masing-masing 0; 1; 2 dan 3 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 SnCl₂ 0,1% dalam H₂SO₄ encer
Sebanyak 1 g SnCl₂ dilarutkan dengan H₂O hingga sekitar 500 ml di dalam labu ukur 1 l. Ditambahkan perlahan 10 ml H₂SO₄ (p) sambil labu digoyangkan dan dijadikan 1 l dengan H₂O,
- Larutan H₂SO₄ encer
Sebanyak 5 ml H₂SO₄ (p) dimasukkan perlahan ke dalam labu ukur 1 l yang berisi sekitar 500 ml H₂O, dijadikan 1 l dengan H₂O dan kocok hingga homogen.

15.4. Cara kerja

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 SnCl₂, larutan H₂SO₄ encer, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

15.5. 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:

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. 17th 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 HNO₃ dan HClO₄. Metode NaBH₄ 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. Preaksi

- HNO₃ pekat (65%) p.a.
- HClO₄ pekat (60%) p.a.
- HCl pekat (37%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi
- Larutan natrium borohidrida, NaBH₄
Larutkan 10 g NaBH₄ 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 HClO₄ 10%)
Dipipet 10 ml HClO₄ 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

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 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

Preparasi contoh untuk pengukuran As. Pipet masing-masing 1 ml deret standar campuran, ekstrak jernih dan blanko ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 15 ml NaI 2%, aduk dan biarkan paling sedikit 30 menit sebelum diukur.

Logam berat lainnya dapat diukur langsung. Gas pembawa dialirkan, pereaksi Na-borohidrida, larutan HCl 1,2 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. 17th 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 pengestrak 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 CaCl_2).
- Larutan pengestrak DTPA pekat empat kali
Cara pembuatan seperti pengestrak 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 pengestrak 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 pengestrak 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 pengestrak DTPA hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml.

17.4 Cara kerja

Ditimbang 10 g contoh tanah halus < 2 mm. Ditambah 20 ml larutan pengestrak 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. 4th 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_2O_2 . 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 μm . 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: 2-1mm (fraksi 1, pasir sangat kasar), 1mm-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 μm) dan liat (<2 μm) dipisahkan lagi berdasarkan lama pengendapan (hukum Stoke). Fraksi debu dipisahkan menjadi fraksi 6 (50-20 μm , debu kasar), fraksi 7 (20-5 μm , debu sedang) dan fraksi 8 (5-2 μm , debu halus), sedangkan liat dipisahkan menjadi fraksi 9 (2-0,5 μm , liat kasar) dan fraksi 10 (<0,5 μm atau <0,2 μm , 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 μm
- 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

- H_2O_2 30%
 - H_2O_2 10%
- H_2O_2 30% diencerkan 3x dengan air bebas ion.
- HCl 2N
- Encerkan 170 ml HCl 37% teknis dengan air bebas ion dan diimpitkan hingga 1 liter.
- 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 liter.

18.4. Cara kerja

Timbang 10,0000 g contoh tanah <2 mm, dimasukkan ke dalam piala gelas 800 ml, ditambah 50 ml H_2O_2 10% kemudian dibiarkan semalam. Keesokan harinya ditambah 25 ml H_2O_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 gram.

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 gram, fraksi 2 = C gram, fraksi 3 = D gram, fraksi 4 = E gram dan fraksi 5 = F gram.

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 gram.

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 gram.

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
	Waktu pemipetan				
Suhu (C)	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 µm = I gram.

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 µm = J gram.

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 µm = K gram.

Untuk penetapan liat halus (<0,2 µm) 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 1800 atau 2500 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 µm = K gram.

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

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. ini 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 gram
Fraksi 1 (2 – 1 mm)	= B gram
Fraksi 2 (1,0 - 0,5 mm)	= C gram
Fraksi 3 (0,50 - 0,25 mm)	= D gram
Fraksi 4 (0,25 - 0,10 mm)	= E gram
Fraksi 5 (0,10 - 0,05 mm)	= F gram
Pemipetan I (Fraksi <math><50 \mu\text{m}</math>)	= G gram
Pemipetan II (Fraksi <math><20 \mu\text{m}</math>)	= H gram
Pemipetan III (Fraksi <math><5 \mu\text{m}</math>)	= I gram
Pemipetan IV (Fraksi <math><2,0 \mu\text{m}</math>)	= J gram
Pemipetan V (Fraksi <math><0,5 \mu\text{m}</math> atau <math><0,2 \mu\text{m}</math>)	= K gram

Maka dalam 10 gram contoh diperoleh :

Fraksi 6 (50 μm – 20 μm)	= 25 x (G-H)	= a gram
Fraksi 7 (20 μm – 5 μm)	= 25 x (H-I)	= b gram
Fraksi 8 (5 μm – 2 μm)	= 25 x (I-J)	= c gram
Fraksi 9 (2 μm – 0,5 atau 0,2 μm)	= 25 x (J-K)	= d gram
Fraksi 10 (<math><0,5</math> atau <math><0,2 \mu\text{m}</math>)	= 25 x (K-0,0095)	= e gram

Selanjutnya :

Fraksi pasir (2 mm – 0,05 mm) = A gram

$$\begin{aligned} \text{Fraksi debu + liat } (< 50 \mu\text{m}) &= 25 \times (G - 0,0095) = L \text{ gram} \\ \text{Jumlah fraksi pasir + debu + liat} &= A + L = X \text{ gram} \end{aligned}$$

Dengan demikian :

$$\begin{aligned} \% \text{ Fraksi 1 (2 mm - 1 mm)} &= B/X \times 100 \% \\ \% \text{ Fraksi 2 (1,0 mm - 0,5 mm)} &= C/X \times 100 \% \\ \% \text{ Fraksi 3 (0,50 mm - 0,25 mm)} &= D/X \times 100 \% \\ \% \text{ Fraksi 4 (0,25 mm - 0,10 mm)} &= E/X \times 100 \% \\ \% \text{ Fraksi 5 (0,10 mm - 0,05 mm)} &= F/X \times 100 \% \\ \% \text{ Fraksi 6 (50 } \mu\text{m - 20 } \mu\text{m)} &= G/X \times 100 \% \\ \% \text{ Fraksi 7 (20 } \mu\text{m - 5 } \mu\text{m)} &= b/X \times 100 \% \\ \% \text{ Fraksi 8 (5 } \mu\text{m - 2 } \mu\text{m)} &= c/X \times 100 \% \\ \% \text{ Fraksi 9 (2 } \mu\text{m - 0,5 atau 0,2 } \mu\text{m)} &= d/X \times 100 \% \\ \% \text{ Fraksi 10 (<0,5 } \mu\text{m atau <0,2 } \mu\text{m)} &= e/X \times 100 \% \end{aligned}$$

(Persen fraksi dalam contoh dinyatakan hingga 1 desimal).

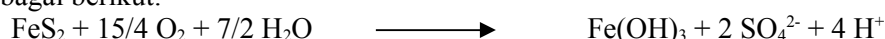
Daftar acuan

- ISRIC, 1993. Procedure for Soil Analysis. In van Reeuwijk, L.P. (Ed.). Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen. The Netherlands. 4th edition. p. 100
- Sudjadi, M., I M. Widjick 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 (FeS₂) atau senyawa sulfida lainnya. Kemasaman tanah digunakan sebagai dasar untuk menghitung kebutuhan kapur.

Contoh reaksi oksidasi pirit yang menghasilkan asam (H⁺) adalah sebagai berikut:



I. Kemasaman Aktual Total (KAT)

19.1.1. Dasar penetapan

Kemasaman aktual total mengukur kadar kemasaman (H⁺) tanah yang terlarut dan yang terjerap oleh muatan negatif tanah. Penggunaan larutan NaCl dimaksudkan untuk membebaskan asam (H⁺) yang terjerap tanah, sehingga

masuk ke dalam larutan. H^+ dalam larutan dititar dengan larutan NaOH baku. Jumlah NaOH yang diperlukan untuk mencapai pH tertentu setara dengan jumlah 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

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

Keterangan:

N = normalitas larutan baku NaOH (0,100 N)

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

0,1 = faktor konversi mmol ke cmol

II. Kemasaman Potensial Total (KPT)

19.2.1. Dasar penetapan

Kemasan potensial total mengukur kemasaman tanah setelah oksidasi senyawa pirit dan senyawa sulfida lainnya yang menghasilkan asam (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 (H_2O_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_2O_2 30%, aduk dan biarkan 1 jam. Tambahkan lagi H_2O_2 bila reaksi masih berlangsung (terdapat pembentukan gelembung-gelembung halus) sampai reaksi berhenti.

Biarkan semalam kemudian tambahkan lagi H_2O_2 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_2O_2 .

Setelah dingin ukur pH suspensi, lalu dititar dengan NaOH 0,1 N sampai pH 5,5 (catat ml NaOH: B 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.

19.2.5. Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{TPA (cmol (+) H}^+ \text{ kg}^{-1} \text{ tanah)} &= B \times N \times 1.000 \text{ g/10 g} \times 0,1 \times \text{fk} \\ &= B \times N \times 20 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

N = normalitas larutan baku NaOH (0,100 N)

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

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_3 (setara dengan 28 g kapur tohor, CaO , atau 37 g kapur tembok, Ca(OH)_2).

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 CaCO_3/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, 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.
- 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

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

21.3. Pereaksi

- NaOH hablur
- Natrium pirofosfat 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.
- H_2SO_4 95-97 % G.R.
- H_2SO_4 5 N
- H_2SO_4 0,01 N

- Larutan $K_2Cr_2O_7$ 1 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.

21.4. Cara kerja

Timbang 5,000 g contoh ke dalam botol kocok diekstrak dengan 25 ml larutan (natrium pirofosfat + NaOH 0,1 N) kocok dan diamkan semalam. Keesokan harinya ekstrak disaring dengan kertas saring untuk memisahkan humin dengan asam humat dan asam fulvat.

Dipipet 5 ml ekstrak ke dalam labu ukur 100 ml kemudian tambahkan 5 ml $K_2Cr_2O_7$ aduk dan tambahkan 7,5 ml H_2SO_4 (p). Aduk kembali dan diamkan hingga dingin, dilarutkan dengan air suling kurang lebih 50 ml lalu aduk dan diamkan hingga dingin. Impitkan hingga tanda tera, kocok. Kadar asam humat dan asam fulfat dalam larutan di ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 561 nm (panjang gelombang maksimum), dengan menggunakan deret standar glukosa 0 – 250 ppm.

Dipipet 5 ml ekstrak ke dalam piala 50 ml, ditambahkan 1 ml H_2SO_4 5 N (hingga pH 2) dan dibiarkan semalam. Keesokan harinya ekstrak disaring dengan kertas saring yang telah dibasahi larutan H_2SO_4 0,01 N. Bilas endapan dengan merata menggunakan larutan H_2SO_4 0,01 N sebanyak 20 ml. Endapan di atas kertas saring adalah asam humat.

Endapan asam humat dilarutkan ke dalam labu ukur 100 ml dengan larutan NaOH 0,1 N panas (70-80 °C) hingga larut semua. Larutan diuapkan di atas penangas air hingga volume menjadi sekitar 5 ml. Tambahkan 5 ml larutan $K_2Cr_2O_7$, 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.

Catatan:

Apabila untuk pemisahan diperlukan asam humatnya, setelah disaring asam humat yang terbentuk dapat ditimbang.

21.5. Perhitungan

a. Kadar asam humat dan fulfat (% C)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1000 \text{ ml} \times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 100 / 1.000 \times 100 / 5000 \times 25 / 5 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 0,01 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

b. *Kadar asam humat (%C)*

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/5000 \times 25/5 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,01 \times \text{fk} \end{aligned}$$

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

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

DAFTAR ACUAN

- Graham, E.R. 1948. Determination of soil organik 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.* 2nd ed. American Society of Agronomy, Inc., Soil Science Society of America, Inc. Madison, Wisconsin USA.

22. Penetapan Fosfor Ekstrak CaCl_2 0,01 M

22.1. Dasar penetapan

Kadar garam dalam larutan tanah-tanah pada umumnya sekitar 0,01 M dengan kalsium merupakan kation utama. Oleh karena itu, pengestrak CaCl_2 0,01 M memiliki konsentrasi dan komposisi larutan yang mendekati larutan tanah di lapang. Metode ekstraksi dengan larutan 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.

22.2. Alat-alat

- Dispenser 25 ml
- Dispenser 2 ml
- Tabung reaksi

- Pipet 10 ml
- Kertas saring
- Botol kocok 50 ml
- Mesin pengocok
- Sentrifusi
- Spektrofotometer Visibel

22.3. Pereaksi

- Larutan 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 CaCl_2 0,01 M
Larutan CaCl_2 0,1 M diencerkan 10 x dengan air bebas ion.
- Standar induk 1000 ppm PO_4 (Titrisol)
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk 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 PO_4
Pipet 10 ml larutan standar induk 1000 ppm PO_4 ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Standar 5 ppm PO_4
Pipet 5 ml larutan standar 100 ppm PO_4 ke dalam labu 100 ml. Impitkan dengan larutan CaCl_2 0,01 M sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Deret standar PO_4 (0-5 ppm)
Pipet berturut-turut 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml larutan standar 5 ppm PO_4 ke dalam tabung reaksi, tambahkan pengekstrak 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 liter. Tambahkan 0,277 g kalium antimonil ttrat, $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ dan secara perlahan 140 ml H_2SO_4 pekat. Jadikan 1 liter dengan air bebas ion.

22.4. Cara kerja

Timbang 2,500 g contoh tanah dengan kehalusan <2 mm ke dalam botol kocok atau tabung sentrifusi. Ditambahkan 25 ml larutan pengekstrak 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 PO_4 , kocok dan biarkan selama 30 menit. Ukur absorbansi larutan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm dengan deret standar P sebagai pembanding.

22.5. Perhitungan

$$\begin{aligned}\text{Kadar } P_2O_5 \text{ tersedia (ppm)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1000 \text{ ml} \times 1000\text{g/g contoh} \times \text{fp} \times \\ &142/190 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 25/1000 \times 1000/2,5 \times \text{fp} \times 142/190 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10 \times \text{fp} \times 142/190 \times \text{fk}\end{aligned}$$

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 PO_4 menjadi P_2O_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 $CaCl_2$. Department of Soil Science and Plant Nutrition. Wageningen Agricultural University, The Netherlands. p. 66.

23. Penetapan Belerang Ekstrak $Ca(H_2PO_4)_2$, 500 ppm P

23.1. Dasar penetapan

Larutan $Ca(H_2PO_4)_2$ yang mengandung 500 ppm P dapat mengekstrak belerang tersedia (sulfat) dalam tanah. Kadar ortofosfat sebesar 500 ppm P dalam pengekstrak dapat mengeluarkan semua sulfat yang terjerap tanah. Metode ekstraksi ini berkorelasi sangat baik dengan respon tanaman.

Sulfat dalam larutan pengekstrak direaksikan dengan Ba^{2+} membentuk endapan $BaSO_4$ yang dipertahankan terdispersi oleh tween. Kadar sulfat dalam larutan ditetapkan secara turbidimetri.

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 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 liter larutan pengekstrak. Larutan pengekstrak $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ juga dapat dibuat dengan cara:
 - Pijarkan 2 g CaCO_3 dalam tanur pada 800 hingga 1000 °C selama 45 menit (menjadi CaO). Dinginkan dalam desikator dan campurkan CaO dengan 1 L H_2O , kocok dan larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang terbentuk dibiarkan semalam.
 - Timbang 1,884 g H_3PO_4 pekat (85%), larutkan dengan 300 ml H_2O 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 H_3PO_4 atau $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Tambahkan H_2O hingga volume larutan menjadi 1 L.
- Standar pokok 1000 ppm S- SO_4^{2-}
Ditimbang 5,4459 g K_2SO_4 p.a. (kering 105 °C) ke dalam labu ukur 1 liter. 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 BaCl_2 -Tween
Timbang 3 gram 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. Biarkan semalam sebelum digunakan.
 - Larutan asam campur
Ke dalam labu ukur 1 liter yang berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, ditambahkan secara perlahan berturut-turut 50 ml CH_3COOH glasial (100 %) p.a., 20 ml HCl pekat (37 %) p.a. dan 20 ml H_3PO_4 pekat (70 %) p.a., kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 liter.

23.4. Cara kerja

Timbang 5,00 g contoh tanah dengan kehalusan <2 mm ke dalam botol kocok atau tabung sentrifusi. Ditambahkan 25 ml larutan pengekstrak $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ 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_4 (0-50 ppm) ke dalam tabung kimia, ditambah 2 ml pereaksi BaCl_2 -Tween, kocok dan biarkan selama 15 menit. Ukur absorbansi larutan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 494 nm dengan deret standar sebagai pembanding.

23.5. Perhitungan

Kadar sulfat tersedia (ppm S)

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1000 \text{ ml} \times 1000\text{g/g contoh} \times \text{fp} \times 142/190 \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 25/1000 \times 1000/5 \times \text{fp} \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 5 \times \text{fp} \times \text{fk}$$

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

- 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.

24. Penetapan Potensial Redoks (E_H) tanah

24.1. Dasar penetapan

E_H adalah potensial elektroda atau ketersediaan elektron. E_H 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_H tanah diukur dengan pH-meter yang dilengkapi elektroda platina. E_H 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_H tanah dengan E referensi sehingga E_H 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 sangga pH 4 yang memiliki $E_H = 463$ mV.

24.2. Peralatan

- Botol kocok 100 ml
- Dispenser 50 ml/gelas ukur
- Mesin pengocok

- Labu semprot 500 ml
- pH meter dengan fasilitas mV
- Elektroda Pt kombinasi

24.3. Preaksi

- 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.

24.4. 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.

24.5. Perhitungan

a. Menentukan E referensi

$$E_H \text{ kuinhidron} = E \text{ referensi} + E \text{ baca}$$

$$E \text{ referensi (mV)} = E_H \text{ kuinhidron} - E \text{ baca}$$

$$= 463 - E \text{ baca}$$

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

25. Penetapan Kadar Serat Gambut

25.1. 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.

25.2. 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

25.3. 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).

25.4. 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.

26. Penetapan Kadar Abu

26.1. Prinsip

Kadar abu/sisa pijar ditetapkan dengan cara pengabuan pada suhu 550 – 600 °C, sehingga bahan organik menjadi CO₂ dan logam menjadi oksida logamnya. Bobot bahan yang hilang merupakan bahan organik yang dapat dikonversi menjadi kadar C-organik setelah dikalikan faktor 0,58.

26.2. Alat dan bahan

- Cawan porselen
- Eksikator
- Neraca

- Tanur/furnace

26.3. 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.

26.4. Perhitungan

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

Keterangan:

- W₂ = berat abu dalam gram
- W = berat contoh dalam gram
- f_k = 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. 17th ed.

27. Penetapan Kadar Silikat Total

I. Silikat Kasar

27.1.1. Dasar penetapan

Contoh tanah diabukan pada suhu 550 – 600 °C, sehingga bahan organik menjadi CO₂ dan logam menjadi oksida logamnya. Oksida logam dilarutkan dalam asam kuat dan dibuang, sehingga sisanya adalah SiO₂ yang tidak larut dalam asam kuat.

30.1.2. Alat-alat

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

27.1.3. Pereaksi

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

27.1.4. 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 SiO₂. Didinginkan selama 45 menit dalam eksikator dan ditimbang.

27.1.5. 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. 17th 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

27.2.1. Dasar penetapan

Bahan yang tak larut dalam HCl, dengan HF akan membentuk SiF₄ yang mudah menguap.

27.2.2. Alat-alat

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

27.2.3. Pereaksi

- Larutan HCl (1 : 1)
Campurkan 1 bagian HCl pekat dengan 1 bagian air bebas ion.

- HF pekat
- H₂SO₄ pekat

27.2.4. 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 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 H₂SO₄ 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).

27.2.5. 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. 17th edition, Volume I. p. 2.5-2.37. *In* Horwitz, W. (Ed.). Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.

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

$$\begin{aligned} \text{Kadar air (\%)} &= \text{kehilangan bobot/bobot contoh asal} \times 100 \\ \text{Faktor koreksi (fk)} &= 100/(100 - \% \text{ kadar air}) \end{aligned}$$

DAFTAR ACUAN

- Association Official Agriculture Chemists. 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th 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.

3. Penetapan N Kjeldahl Cara Pengabuan Basah dengan H₂SO₄

3.1. Dasar penetapan

Senyawa nitrogen organik dioksidasi dalam lingkungan asam sulfat pekat dengan katalis campuran selen membentuk (NH₄)₂SO₄. Kadar amonium dalam ekstrak dapat ditetapkan dengan cara destilasi atau spektrofotometri. Pada cara destilasi, ekstrak dibasakan dengan penambahan larutan NaOH. Selanjutnya, NH₃ yang dibebaskan diikat oleh asam borat dan dititar dengan larutan baku H₂SO₄ menggunakan penunjuk Conway. Cara spektrofotometri menggunakan metode pembangkit warna indofenol biru.

3.2. Alat-alat

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

3.3. Pereaksi

Destruksi

- H₂SO₄ pekat (95-97 %) p.a.
- Campuran selen p.a. (tersedia di pasaran) atau
- Dibuat dengan mencampurkan 1,55 g CuSO₄ anhidrat, 96,9 g Na₂SO₄ anhidrat dan 1,55 g selen kemudian dihaluskan.

Destilasi

- Natrium Hidroksida 40%
- Dilarutkan 400 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.
- Asam borat 1%
- Dilarutkan 10 g H₃BO₃ dengan 1 l air bebas ion.
- Penunjuk Conway
- Dilarutkan 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)
- H₂SO₄ 4 N

Masukan 111 ml H₂SO₄ 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 H₂SO₄ 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.
- Penunjuk Conway
- Dilarutkan 0,100 g merah metil (*metil red*) dan 0,150 g hijau bromkresol (*bromkresol green*) dengan 200 ml etanol 96%.
- Asam borat 1%
- Dilarutkan 10 g H₃BO₃ dengan 1 l air bebas ion.
- Batu didih
- Dibuat dari batu apung yang dihaluskan.

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 1.000 ppm N
Timbang 4,7143 serbuk (NH₄)₂SO₄ 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
Buat 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
Pipet 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
Timbang 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. Diencerkan dengan air bebas ion sampai 1 l.
- Larutan sangga Tartrat
Timbang 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. Encerkan dengan air bebas ion sampai 1 l.
- Natrium hipoklorit (NaOCl) 5%

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 H₂SO₄ p.a. Campuran diratakan dan biarkan satu malam supaya diperarang. Siapkan pula blanko dengan memasukan hanya 1 g campuran selen dan 2,5 ml H₂SO₄ 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 NH₃ 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 H₂SO₄ 0,050 N hingga warna merah muda. Catat volume titar contoh (V_c) dan blanko (V_b). 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 sanga Tartrat 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 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.

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/1.000 ml x 100/mg contoh x fp x fk
 = ppm kurva x 50/1.000 x 100/250 x 10 x fk
 = ppm kurva x 0,2 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 = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

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.
 Association Official Agriculture Chemists. 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I. p. 2.5-2.37. *In* Horwitz, W. (Ed.). Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. 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. 64 hlm.
 Walsh, L.M. and J.D. Beaton. 1973. Soil Testing and Plant Analysis edition. Soil Sci.Soc.Am., Madison, Wisconsin.

4. Penetapan Unsur Hara Makro dan Mikro Cara Pengabuan Basah dengan HNO_3 dan $HClO_4$

4.1 Dasar penetapan

Unsur hara makro dan mikro total dalam tanaman dapat diekstrak dengan cara pengabuan basah menggunakan campuran asam pekat HNO_3 dan HClO_4 . 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*
- Pengocok tabung
- Dispenser.
- Tabung reaksi
- Spektrofotometer UV-VIS
- Spektrofotometer serapan atom (SSA)

4.3. Pereaksi

- HNO_3 pekat (65 %) p.a.
- HClO_4 pekat (60 %) p.a.
- Standar 0 (larutan HClO_4 0,6 %)
- Pipet 1 ml 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 100 x).
- 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 H_2SO_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, kemudian dijadikan 1 l dengan air murni. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- Standar induk PO_4 1.000 ppm (Titrisol)
- Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk PO_4 Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1 l. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Standar induk PO_4 200 ppm
Pipet 50 ml standar induk PO_4 1.000 ppm Titrisol ke dalam labu 250 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- Deret standar PO_4 (0-200 ppm)
Dipipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 200 ppm 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 PO_4 .
- Standar pokok S 1.000 ppm

- Timbang 5,4459 g K_2SO_4 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 $HClO_4$ 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 $HClO_4$ 0,6%. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10; 20; 30; 40; 50 ppm S
- Larutan $BaCl_2$ -Tween
- Timbang 3 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. 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 50 ml CH_3COOH glasial (100%) p.a., 20 ml HCl pekat (37%) p.a. dan 20 ml H_3PO_4 pekat (70%) p.a., kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 l.
- Standar campur 250 ppm K, 100 ppm Na, 5 ppm Mg, 250 ppm Ca.
Pipet masing-masing:
 - 25,0 ml standar pokok 1.000 ppm K
 - 10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Na
 - 25,0 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 $HClO_4$ pekat, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campur K (0-200 ppm), Na (0-50 ppm), Ca (0-250 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 $HClO_4$ 0,6%. Deret standar campuran akan memiliki kepekatan:

S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
0	25	50	100	150	200	250	ppm K
0	10	20	40	60	80	100	ppm Na
0	25	50	100	150	200	250	ppm Ca

0 1 2 4 6 8 10 ppm Mg

- Larutan La 2,5%
Timbang 44,14 g LaCl_3 , 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 (0-100 ppm)
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10,0 ml standar pokok Al 1.000 ppm ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan perlahan 1 ml 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 100 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 ZnCampurkan dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan perlahan 1 ml HClO_4 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_4 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 dan nitrilotriaceticacid (NTA) 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 1 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

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.

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

Pipet masing-masing 1 ml ekstrak contoh dan deret standar 0-200 ppm PO₄ ke dalam tabung kimia. Tambahkan 9 ml air bebas ion dan kocok. Dipipet masing-masing 1 ml ekstrak encer contoh dan deret standar P ke dalam tabung reaksi. 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.

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 Mg, ekstrak 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 7 ml asam campur dan 2,5 ml larutan BaCl₂-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 N₂O-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 (%)

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

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 (%)

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/500 \times 50 \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 0,5 \times \text{fk}$$

Kadar S (%)

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/500 \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 0,01 \times \text{fk}$$

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

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 1.000/0,5 \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 100 \times \text{fk}$$

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.
- Association Official Agriculture Chemists. 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I. p. 2.5-2.37. *In* Horwitz, W. (Ed.). Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. 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 H₂SO₄ dan H₂O₂

5.1 Dasar penetapan

Unsur hara makro dan mikro total dalam tanaman dapat diekstrak dengan cara pengabuan basah menggunakan H₂SO₄ pekat dan H₂O₂. Kadar makro dan mikro dalam ekstrak diukur menggunakan SSA dan spektrofotometer.

5.2 Alat-alat

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

5.3 Pereaksi

- H₂SO₄ pekat (95-97%) p.a.
- H₂O₂ pekat (30%) p.a.
- Larutan NaOH 40%
- Larutan baku H₂SO₄ 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 (NH₄)₂SO₄ 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 H_2SO_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, kemudian dijadikan 1 l dengan air murni. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.

- Standar induk PO_4 1.000 ppm (Titrisol)

Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk PO_4 Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1 l. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.

- Standar induk PO_4 200 ppm

Pipet 50 ml standar induk PO_4 1.000 ppm titrisol ke dalam labu 250 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.

- Deret standar PO_4 (0-200 ppm)

Dipipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml standar 200 ppm 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 PO_4 .

- Standar campur 250 ppm K, 100 ppm Na, 50 ppm Mg, dan 250 ppm Ca.

Dipipet masing-masing:

- 25,0 ml standar pokok 1.000 ppm K
- 10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Na
- 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 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 (0-250 ppm), Ca (0-250 ppm), Mg (0-10 ppm), dan Na (0-100 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%

Ditimbang 44,14 g LaCl_3 , 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 H_2SO_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 H_2O_2 p.a., panaskan kembali dan suhu ditingkatkan menjadi 200 °C, panaskan selama 1 jam. Angkat, biarkan agak dingin dan tambahkan kembali H_2O_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 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 (H_2SO_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 sanga Tartrat 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 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 1 ml ekstrak contoh dan deret standar 0-200 ppm PO₄ ke dalam tabung kimia. Tambahkan 9 ml air bebas ion dan kocok. Dipipet masing-masing 1 ml ekstrak encer contoh dan deret standar ke dalam tabung reaksi. 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 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 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 H ₂ SO ₄
14	=	bobot setara Nitrogen
100	=	konversi ke %
fk	=	faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % 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 – % kadar air)
Kadar P (%)	=	ppm kurva x ml ekstrak/1.000 ml x 100/mg contoh x B.A. P/B.M. PO ₄ x fp x fk

$$\begin{aligned}
&= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/250 \times 31/95 \times \text{fp} \times \text{fk} \\
&= \text{ppm kurva} \times 0,02 \times 31/95 \times \text{fp} \times \text{fk} \\
\text{Kadar K, Ca dan Na (\%)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
&= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/250 \times \text{fp} \times \text{fk} \\
&= \text{ppm kurva} \times 0,02 \times \text{fp} \times \text{fk} \\
\text{Kadar Mg (\%)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
&= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/250 \times 5 \times \text{fk} \\
&= \text{ppm kurva} \times 0,1 \times \text{fk}
\end{aligned}$$

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 (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.
- Association Official Agriculture Chemists. 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I. p. 2.5-2.37. *In* Horwitz, W. (Ed.). Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. 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_3 dan HClO_4

6.1 Dasar penetapan

Unsur logam berat total dalam tanaman dapat diekstrak dengan cara pengabuan basah menggunakan campuran asam pekat HNO_3 dan HClO_4 . Kadar logam berat dalam ekstrak diukur menggunakan SSA.

6.2 Alat-alat

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

6.3 Pereaksi

- HNO_3 pekat (65%) p.a.
- HClO_4 pekat (60%) p.a.
- Standard 0 (larutan HClO_4 0,6%)
Pipet 1 ml 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.
- 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.

6.4 Cara kerja

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.

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 metode Nyala menggunakan campuran gas N₂O dan asetilin, unsur lainnya menggunakan campuran udara dan asetilin.

6.5 Perhitungan

a. Kadar 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.

1.000 g = faktor konversi ke ppm/ppb (mg/kg atau µg/kg)

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.
- Association Official Agriculture Chemists. 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I. p. 2.5-2.37. *In* Horwitz, W. (Ed.). Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. 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 HNO₃ dan HClO₄. Hg dalam analit direduksi dengan SnCl₂ 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
 - Spektrometer serapan atom
 - Generator uap raksa
 - Tabung reaksi 20 ml
 - Labu ukur 1 l
 - Erlenmeyer 100 ml
 - Pipet 1-10 ml

7.3 Pereaksi

- HNO₃ pekat (65%) p.a.
- HClO₄ pekat (60%) p.a.
- H₂SO₄ 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)

- Standard 0 (larutan HClO₄ 1%)
Dipipet 10 ml HClO₄ 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 standar pokok Hg ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Deret Standar Hg: 0; 10; 20; dan 30 ppb Hg
Pipet masing-masing 0; 1; 2 dan 3 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 SnCl₂ 0,1% dalam H₂SO₄ encer
Sebanyak 1 g SnCl₂ dilarutkan dengan H₂O hingga sekitar 500 ml di dalam labu ukur 1 l. Ditambahkan perlahan 10 ml H₂SO₄ (p) sambil labu digoyangkan dan dijadikan 1 L dengan H₂O,
- Larutan H₂SO₄ encer
Sebanyak 5 ml H₂SO₄ (p) dimasukkan perlahan ke dalam labu ukur 1 l yang berisi sekitar 500 ml H₂O, dijadikan 1 l dengan H₂O dan kocok hingga homogen.

7.4. Cara kerja

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.

Ekstrak jernih diukur dengan SSA yang dilengkapi generator uap pada 253,7 nm dengan deret standar Hg sebagai pembanding. Gas pembawa dialirkan, pereaksi SnCl₂, larutan H₂SO₄ encer, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

7.5. Perhitungan

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar Hg (ppb)} &= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000/\text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppb kurva} \times 25 \text{ ml} (1.000 \text{ ml})^{-1} \times 1.000/2,5 \text{ g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppb kurva} \times 100/\text{g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

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

- 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 Official Agriculture Chemists. 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I. p. 2.5-2.37. *In* Horwitz, W. (Ed.). Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.
- 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 HNO₃ dan HClO₄. Metode NaBH₄ 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
 - Spektrometer serapan atom (SSA)
 - Generator hidrida
 - Labu ukur 1l
 - Pipet 1-10 ml
 - Tabung reaksi 30 ml

8.3 Preaksi

- HNO₃ pekat (65%) p.a.
- HClO₄ pekat (60%) p.a.
- HCl pekat (37%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi
- Larutan natrium borohidrida, NaBH₄
Larutkan 10 g NaBH₄ 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 HClO₄ 10%)
Dipipet 10 ml HClO₄ 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 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 campuran 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

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

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

Preparasi contoh untuk pengukuran As. Pipet masing-masing 1 ml deret standar campuran, ekstrak jernih dan blanko ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 15 ml NaI 2%, aduk dan biarkan paling sedikit 30 menit sebelum diukur.

Logam berat lainnya dapat diukur langsung. Gas pembawa dialirkan, pereaksi Na-borohidrida, larutan HCl 1,2 N, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

8.5. Perhitungan

Kadar logam berat (ppb)

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

Keterangan:

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

9. Penetapan Kadar Abu

9.1. Prinsip

Kadar abu/sisa pijar ditetapkan dengan cara pengabuan pada suhu 550 – 600 °C, sehingga bahan organik menjadi CO₂ 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 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.

9.4. Perhitungan

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

Keterangan:

W₂ = berat abu dalam gram

W = berat contoh dalam gram

f_k = 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. 17th ed.

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

10. Penetapan Kadar Silikat Total

10.1. Dasar penetapan

Contoh tanaman diabukan pada suhu 550 – 600 °C, sehingga bahan organik menjadi CO₂ dan logam menjadi oksida logamnya. Oksida logam dilarutkan dalam asam kuat dan dibuang, sehingga sisanya adalah SiO₂ 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 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 SiO₂. Didinginkan selama 45 menit dalam eksikator dan ditimbang.

10.5. Perhitungan

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

DAFTAR ACUAN

- Association Official Agriculture Chemists. 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th 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.

IV. ANALISIS AIR IRIGASI

1. Persiapan Contoh

Contoh yang berasal dari lapang sebelum dianalisis terlebih dahulu diperiksa label dan nomor contoh dan segera dianalisis.

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 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 °C

2.3 Perekasi

- Air bebas ion

2.4 Cara kerja

Kertas saring berlipat disimpan di atas piring aluminium kering yang telah diketahui bobotnya dan dipanaskan dalam oven pada suhu 105 °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 pinggan aluminium dan dikeringkan pada suhu 105⁰ C selama 1 - 3 jam, didinginkan dalam eksikator dan ditimbang (B mg).

2.5 Perhitungan

Kadar lumpur (mg l)⁻¹ = (B – A) x 1.000 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 & 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

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 μ 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 $1413 \mu S cm^{-1}$.

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

Setelah selesai elektroda dicuci dengan air bebas ion dan dilap sampai kering. Alat dimatikan.

DAFTAR ACUAN

- 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.
- 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

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 tissue sebelum pengukuran setiap contoh/larutan sangga.

Elektroda di masukan ke dalam contoh (kira-kira 25 ml) baca setelah mantap. Bilas elektrode dengan air bebas ion dan keringkan dengan tissue sebelum pengukuran setiap contoh/larutan sangga.

Larutan bekas penetapan pH dapat digunakan untuk penetapan HCO_3 dan CO_3 .

DAFTAR ACUAN

- 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.
- 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

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, 25 ppm Na, 250 ppm Ca, dan 10 ppm Mg (Standar campuran 1)
Pipet 5 ml standar pokok 1.000 ppm K, 2,5 ml standar pokok 1.000 ppm Na, 25 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, 2,5 ppm Na, 25 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, 0-2,5 ppm Na, 0-25 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	0,25	0,5	1	1,5	2,0	2,5	ppm Na
0	2,5	5	10	15	20	25	ppm Ca
0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	ppm Mg

- Larutan 25000 ppm La
Timbang 29,32 gram La_2O_3 , ditambah 100 ml HCl 25% dilarutkan dengan air bebas ion, kemudian diimpitkan tepat 1 l dan dikocok atau 67,0 gram $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ditambah 15 ml HCl 25% dilarutkan dalam 1 l air bebas ion.

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. $\text{l}^{-1} = \text{ppm kurva} / \text{bst kation} \times \text{fp}$

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 & 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

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 Pereaksi

- 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, 5 ml standar pokok 1.000 ppm Mn, 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, 0-5 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 & 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

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 Pereaksi

- Larutan sanga Sitrat
Timbang 32 g serbuk NaOH p.a. masukan ke dalam labu ukur 1 l. Dilarutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion. Setelah dingin tambahkan 40 g tri-natrium sitrat dan 0,3 g Na-nitroprusida aduk hingga larut, tambahkan 2 ml larutan Brij-35 30% dan air bebas ion hingga 1 l.
- Larutan Fenolat 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 Fenolat encer
Tambahkan 250 ml larutan fenolat 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 gram $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (yang telah dikeringkan pada 100 °C selama 4 jam) ke dalam labu ukur 1 l, dilarutkan dengan H_2O sampai tanda garis, kocok.
- Standar 250 ppm N
Pipet 25 ml larutan standar induk 1.000 ppm N ke dalam labu ukur 100 ml, lalu tambahkan H_2O hingga 100 ml dan kocok.

- Standar 25 ppm N
Pipet 10 ml larutan standar 250 ppm N ke dalam labu ukur 100 ml, lalu tambahkan H₂O hingga 100 ml dan kocok.
- Standar 2,5 ppm N
Pipet 10 ml larutan standar 25 ppm N ke dalam labu ukur 100 ml, lalu tambahkan H₂O hingga 100 ml dan kocok.
- Deret standar N (0-2,5 ppm N)
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml standar 2,5 ppm N ke dalam tabung reaksi. Tambahkan H₂O ke dalam setiap tabung hingga volume 10 ml, lalu kocok. Deret standar ini memiliki kepekatan 0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 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 Tartrat 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 & 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

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 H_2SO_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 H_2O 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 PO_4^{3-} (Titrisol)
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk 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 PO_4^{3-}
Pipet 5 ml standar pokok 1.000 ppm PO_4 ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga tanda garis, kocok.
- Standar 2,5 ppm PO_4
Pipet 5 ml standar 50 ppm PO_4 ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan air bebas ion hingga tanda garis, kocok.
- Deret standar PO_4 (0-2,5 ppm)
Pipet berturut turut 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 ml standar 2,5 ppm PO_4 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_4 .

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_4 dalam larutan dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm. Mula-mula ukur deret standar kemudian contoh.

Perhitungan

Kadar fosfat m.e. l⁻¹ = 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 PO₄ = 95/31

DAFTAR ACUAN

- 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.
- 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 NaHCO₃ extracts from soil. Soil Sci.Am.Proc.29 : 677 - 678.

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 25,0 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 magnet (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).

9.5 Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{CO}_3 \text{ (m.e./l)} &= 1.000 \text{ ml/ml contoh} \times 2a \times \text{N HCl} \\ &= 1.000/25 \times 2a \times \text{N HCl} \\ &= 40 \times 2a \times \text{N HCl} \\ \text{HCO}_3 \text{ (m.e./l)} &= 1.000/25 \times (b-2a) \times \text{N HCl} \\ &= 40 \times (b-2a) \times \text{N HCl} \end{aligned}$$

Keterangan:

1.000	=	faktor dari ml ke l
a	=	ml titran hingga pH 8,4
b	=	ml titran hingga pH 4,4
N HCl	=	normalitas HCl (0,020 N)

DAFTAR ACUAN

- 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.
- 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

- AgNO₃ 0,10 N
Gunakan standar induk AgNO₃ Titrisol, atau ditimbang 16,98 gram AgNO₃ p.a. larutkan dengan air bebas ion dalam labu ukur 1 l.
AgNO₃ 0,01 N
Pipet 10 ml AgNO₃ 0,1 N dilarutkan dengan air bebas ion dalam labu ukur 100 ml
- Indikator kalium kromat 5%
Timbang 5 gram kalium kromat ke dalam labu ukur 100 ml + 2 ml AgNO₃ 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 AgNO₃ 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⁻¹

$$\begin{aligned} &= (\text{ml contoh} - \text{ml blk}) \times N \times 1.000 \text{ ml/ml contoh} \\ &= (\text{ml contoh} - \text{ml blk}) \times N \times 1.000/10 \\ &= (\text{ml contoh} - \text{ml blk}) \times N \times 100 \end{aligned}$$

Keterangan:

ml	=	volume titran (ml) yang diperlukan untuk pemitaran
1.000	=	faktor dari ml ke l
10	=	volume contoh
N	=	normalitas AgNO ₃ (0,010 N)

DAFTAR ACUAN

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.

- 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

12. Penetapan Sulfat Metode Turbidimetri

12.1 Dasar penetapan

Sulfat dalam filtrat air dapat diukur langsung secara turbidimetri.

12.2 Alat-alat

- Spektrofotometer
- Tabung kimia
- Pipet otomatis 1 ml
- Pipet isi 5 ml
- Pipet ukur 5 ml

12.3. Perekasi

- Standar pokok S 1.000 ppm
Gunakan standar S Titrisol atau timbang 5,4349 g K_2SO_4 p.a. (telah dikeringkan 105 °C selama 4 jam) ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dan impitkan dengan H_2O hingga 1 l.
- Standar S 50 ppm
Pipet 5 ml standar S 1.000 ppm ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 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, 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; 5; 10; 20; 30; 40; dan 50 ppm S.
- Larutan $BaCl_2$ -Tween
Timbang 3 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. 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_3COOH glasial

(100%) p.a., 100 ml HCl pekat (37%) p.a., dan 100 ml H₃PO₄ pekat (70%) p.a., kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 l.

12.4 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 BaCl₂-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

$$\text{Kadar sulfat m.e. l}^{-1} = \text{ppm kurva/bst} \times \text{fp}$$

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 S (32/2)

DAFTAR ACUAN

- 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.
- 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.

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 NH_4OAc 1 M, pH 4,8
Timbang 77 g serbuk 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 NH_4 -asetat 1 M pH 4,8 hingga tanda tera, kocok.
- Asam sulfat pekat p.a.
- Standar Pokok 1.000 ppm N- NO_3
Larutkan 7,218 g serbuk KNO_3 p.a (kering 105°C) ke dalam labu 1 l. Larutkan dengan air bebas ion sampai tanda tera.
- Standar 100 ppm N- NO_3
Pipet 10 ml larutan standar 1.000 ppm N- NO_3 ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar 5 ppm N- NO_3
Pipet 5 ml larutan standar 100 ppm N- NO_3 ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Deret standar 0-5 ppm N- NO_3
Pipet standar 5 ppm N- 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. Ke dalam larutan deret standar dan contoh, sambil dikocok ditambahkan 0,5 ml larutan brusin 2% dan 5 ml larutan H_2SO_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 & 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-NO₃
Pipet 10 ml larutan standar 1.000 ppm N-NO₃ ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar 5 ppm N-NO₃
Pipet 5 ml larutan standar 100 ppm N-NO₃ ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Deret standar 0-5 ppm N-NO₃
Pipet standar 5 ppm N-NO₃ 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.

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

Pembacaan = absorbansi pada 205 nm – absorbansi pada 275 nm.

Kadar NO_3 (m.e./l) = ppm kurva/bst x 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 & 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 nitritriaceticacid (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 0,23 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.

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 & 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 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.

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 pembandingan.

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 & 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.

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 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

- H_2SO_4 pekat (95-97%) p.a.

- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi (DHL < 1 \square S/cm)
- Standar pokok 1.000 ppm Hg (Titrisol)
- Standar 1 ppm Hg:
Pipet 1 ml standar pokok Hg ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Deret standar Hg: 0; 10; 20; dan 30 ppb Hg
Pipet masing-masing 0; 1; 2 dan 3 ml standar 1 ppm Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tanda garis. Larutan standar harus selalu segar.
- Larutan SnCl₂ 0,1% dalam H₂SO₄ encer
Sebanyak 1 g SnCl₂ dilarutkan dengan H₂O hingga sekitar 500 ml di dalam labu ukur 1 l. Ditambahkan perlahan 10 ml H₂SO₄ (p) sambil labu digoyangkan dan dijadikan 1 l dengan H₂O,
- Larutan H₂SO₄ encer
Sebanyak 5 ml H₂SO₄ (p) dimasukkan perlahan ke dalam labu ukur 1 l yang berisi sekitar 500 ml H₂O, dijadikan 1 l dengan H₂O 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 SnCl₂, larutan H₂SO₄ 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 & 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.

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 (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 1l
- 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, NaBH_4
Larutkan 10 g NaBH_4 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_4 10%)
Pipet 10 ml 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.
- 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 standar pokok As, Sb, Se, Sn 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, 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 standar 0 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 pembanding.

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

Preparasi contoh untuk pengukuran As. Pipet masing-masing 1 ml deret standar campuran, ekstrak jernih dan blanko ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 15 ml NaI 2%, aduk dan biarkan paling sedikit 30 menit sebelum diukur.

Logam berat lainnya dapat diukur langsung. 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 & 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.

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 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 Aquatitrator 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

- Aquatitrator atau Aquameter
- Botol timbang
- Neraca analitik

2.1.3. Pereaksi

- Larutan Karl Fischer, larutan tunggal yang stabil dengan titar 5 mg H₂O/ ml
- Metanol, dengan kadar air maks 0,1%
- Air bebas ion

2.1.4. Cara kerja

Masukan sejumlah metanol ke dalam botol reaksi aquatitrator 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 urea dan masukan ke dalam botol reaksi aquatitrator 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 105 °C

Untuk penetapan pupuk (NH₄)₂ SO₄, Fosfat Alam, SP-36, DAP, MAP, Dolomit/Kaptan, Kiserit, KCl, TSP+Zn dan pupuk-pupuk yang senyawa yang stabil.

2.2.1. Dasar penetapan

Kadar air ditentukan dengan cara penguapan pada suhu 105 °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 5,000 g contoh pupuk ke dalam botol timbang kosong yang telah diketahui beratnya.

Panaskan dalam oven pengering pada suhu 105 °C selama 3 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) = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$ (dihitung dari kadar air contoh pupuk halus dan digunakan sebagai faktor koreksi dalam perhitungan hasil analisis).

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. 17th ed.

- SNI 02-0086-2005
- SNI 02-1760-2005
- SNI 02-3776-2005
- SNI 02-3769-2005
- SNI 02-2858-2005
- SNI 02-2810-2005 /SII. 1685-85
- SNI 02-2811-2005
- SNI 02-2809-2005
- SNI 02-2805-2005
- SNI 02-2800-2005
- SNI 02-2581-2005
- SNI 02-6680-2005
- SNI 02-6181-2005

SNI 19-7030-2004
SNI 02-4378-1996
SNI 13-4704-1995
SNI 02-2804-1992
SNI 02-2806-1992
SNI 02-2807-1992
SNI 02-2808-1992
SNI 02-2857-1992
SNI 02-2871-1992

3. Penetapan Nitrogen

Kadar nitrogen dari pupuk NPK dibedakan menjadi 3 bentuk senyawa N yaitu: N- Urea (N-organik), N-NH₄ dan N-NO₃. Jumlah tiga bentuk senyawa ini merupakan N- total.

3.1. Penetapan N-Urea (N-organik) dan N-NH₄

3.1.1. Dasar penetapan

Nitrogen dalam contoh dihidrolisis dengan asam sulfat dan NH₃ 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

- H₂SO₄ pekat (95-97%, BJ. 1,84)
- Asam borat 1%
Timbang 1 g asam borat larutkan 100 ml H₂O.
- Asam sulfat 0,050 N (Titrisol)
Pipet 50 ml larutan baku H₂SO₄ 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 (*bromkresol 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 H₂SO₄ 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 H₂SO₄ 0,050 N hingga warna merah muda. Catat volume titar contoh (V_c) dan blanko (V_b).

3.1.5 Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar N-Urea (N-organik) + N-NH}_4 (\%) & \\ &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100 \text{ ml}/10 \text{ ml} \times 100/\text{mg} \\ &\text{contoh} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100/10 \times 100/500 \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

V _{c, b}	=	ml titar contoh dan blanko
N	=	normalitas larutan baku H ₂ SO ₄ (0,050)
14	=	bobot setara nitrogen
100	=	konversi ke %
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. 17th ed.

SNI 02-2858-2005

SNI 02-2811-2005
SNI 02-2810-2005
SNI 02-2581-2005
SNI 02-1760-2005
SNI 02-6181-2005
SNI 02-2808-1992
SNI 02-2806-1992
SNI 02-4378-1996
SNI 02-2803-2000
SNI 02-2871-1992

3.2. Pengukuran N-NH₄ dan N-NO₃

3.2.1. Prinsip

N dalam bentuk NH₄ dan NO₃ dilarutkan dalam air, didestilasi dengan penambahan alkali. NH₃ yang keluar ditampung dengan asam borat dan destilat dititrasi dengan larutan asam baku H₂SO₄ 0,050 N. Sisa penetapan N-NH₄ yang masih mengandung NO₃ direduksi dengan logam Devarda menjadi NH₄. Destilasi dilakukan kembali seperti pada penetapan N-NH₄.

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

- H₂SO₄ pekat (95-97 %, BJ. 1,84)
- Larutan asam borat 1%
Timbang 1 gram asam borat larutkan 100 ml H₂O.
- Larutan NaOH 40%
Larutkan 400 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.
- Larutan H₂SO₄ 0,050 N (Titrisol)
Pipet 50 ml larutan baku H₂SO₄ 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 (*bromkresol 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_2SO_4 0,050 N sampai titik akhir titrasi (V_c) (perubahan warna dari hijau menjadi merah jambu muda). Kerjakan penetapan blanko (V_b).

Ekstrak bekas penetapan $N-NH_4$ 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_2SO_4 0,050 N seperti penetapan $N-NH_4$.

3.2.5. Perhitungan

Kadar $N-NH_4$ (%)

$$\begin{aligned} &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100 \text{ ml}/10 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100/10 \times 100/500 \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar $N-NO_3$ (%)

$$\begin{aligned} &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100 \text{ ml}/10 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100/10 \times 100/500 \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

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

N	=	normalitas larutan baku H ₂ SO ₄ (0,050)
14	=	bobot setara nitrogen
100	=	konversi ke %
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. 17th ed.

SNI 02-2858-2005

SNI 02-2811-2005

SNI 02-2810-2005

SNI 02-2581-2005

SNI 02-1760-2005

SNI 02-6181-2005

SNI 02-2808-1992

SNI 02-2806-1992

SNI 02-4378-1996

SNI 02-2803-2000

SNI 02-2871-1992

3.3. Kadar nitrogen dalam urea

3.3.1. Prinsip

Nitrogen dalam urea dihidrolisis dengan asam sulfat. NH₄ 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^oC)
- Neraca analitik 4 desimal
- Dispenser 0 – 10 ml

3.3.3. Preaksi

- H₂SO₄ pekat (95-97%, BJ. 1,84)
- Larutan asam borat 1%
Timbang 1 g asam borat larutkan 100 ml H₂O.
- Larutan NaOH 40%

Larutkan 400 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.

- Larutan H₂SO₄ 0,050 N (Titrisol)
Pipet 50 ml larutan baku H₂SO₄ 1 N Titrisol ke dalam labu ukur 1 l. Encerkan dengan air bebas ion hingga 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.

3.3.4. Cara kerja

Timbang teliti 0,2500 g contoh urea ke dalam labu ukur. Dengan dispenser tambahkan 2,5 ml H₂SO₄ 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 H₂SO₄ 0,050 N hingga titik akhir (V_c) (perubahan warna dari hijau menjadi merah jambu muda). Penetapan blanko dikerjakan (V_b).

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 _{c, b}	=	ml titar contoh dan blanko
N	=	normalitas larutan baku H ₂ SO ₄ (0,050)
14	=	bobot setara nitrogen
100	=	konversi ke %
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. 17th ed.

SNI 02-2858-2005

SNI 02-2811-2005
SNI 02-2810-2005
SNI 02-2581-2005
SNI 02-1760-2005
SNI 02-6181-2005
SNI 02-2808-1992
SNI 02-2806-1992
SNI 02-4378-1996
SNI 02-2803-2000
SNI 02-2871-1992

4. Penetapan Biuret

4.1. Dasar penetapan

Biuret dengan garam kompleks tembaga alkali membentuk kompleks yang berwarna lembayung. Absorbansi larutan ini ditetapkan 530 – 540 nm, dengan larutan blanko sebagai acuan. Kadar biuret diperoleh dengan memakai kurva deret standar biuret yang disiapkan dengan cara yang sama.

4.2. Alat-alat

- Spektrofotometer
- Labu ukur 100 ml
- Neraca analitik 4 desimal
- Dispenser 10 ml

4.3. Pereaksi

- Air bebas ion yang bebas CO₂
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat semua pereaksi penetapan biuret.
- Larutan tembaga (II) sulfat
Timbang 6 g CuSO₄·5H₂O ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- K, Na-tartrat (KNaC₄H₄O₆·4H₂O)
Timbang 20 g kalium natrium tartrat dan 32 g KOH, masukan ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dengan air bebas ion 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 mg ml⁻¹)

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 (0-800 ppm)

Pipet masing-masing ke dalam labu ukur 50 ml: 0,5 ; 10; 15; 20; 25ml larutan baku biuret 800 ppm. 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 530-550 nm.

4.4. Cara kerja

Timbang teliti 10,000 g urea ke dalam labu ukur 200 ml, larutkan dengan air bebas ion hingga tanda garis.

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 (B).

Pipet 20 ml larutan contoh ke dalam labu ukur 50 ml + 10 ml larutan K,Na-tartrat, encerkan hingga tanda garis (C).

Pipet 20 ml larutan contoh ke dalam labu ukur 50 ml + 10 ml larutan tembaga (II) sulfat, encerkan hingga tanda garis (D).

Pipet 10 ml larutan K,Na-tartrat ke dalam labu ukur 50 ml, encerkan hingga tanda garis (F).

Diamkan masing-masing selama 30 menit lalu ukur absorbansinya dengan spektrometer pada panjang gelombang 530 – 540 nm. Pengukuran larutan blanko dilakukan untuk standar 0.

Pengukuran pada rentang panjang gelombang 530-550 nm. Atur fotometer pada absorbansi 0 dengan larutan F kemudian tetapkan absorbansi dari larutan D ($=E_D$). Atur fotometer pada absorbansi 0 dengan larutan C dan tetapkan absorbansi dari larutan B ($=E_B$).

4.5. Perhitungan

Kadar biuret dapat dilihat pada kurva standar sesuai dengan absorbansi yang didapat dari larutan contoh.

Kadar biuret dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{Kadar biuret (\%)} = (a \times fp) / (W \times 10)$$

Keterangan:

W = berat contoh dalam gram

A = berat biuret yang sesuai dengan selisih absorbansi larutan B dan D ($E_B - E_D$), dinyatakan dalam milligram

Fp = faktor pengenceran

Apabila menggunakan faktor kalibrasi pereaksi dapat digunakan rumus:

$$\text{Kadar Biuret (\%)} = \{(E_B - E_D) \text{fk} \times \text{fp}\} / W \times 10$$

Keterangan:

- E_B = absorbansi larutan contoh B
 E_D = absorbansi larutan D
 F_k = faktor kalibrasi pereaksi (mg)
 f_p = faktor pengenceran
 W = berat contoh (mg)

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. 17th ed.

SNI 02-2801-1998

5. Penetapan Fosfor dan Kalium Total

5.1. Prinsip

Fosfat diukur secara spektrometri dari senyawa kompleks (berwarna kuning) yang terbentuk hasil reaksi dari orthofosfat dengan amonium molibdat dan vanadat, sementara kalium diukur secara flamephotometri dari intensitas sinar emisi.

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
- Flamephotometer

5.3. Pereaksi

- Air bebas ion yang bebas CO_2
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat pereaksi dalam penetapan ini.
- HCl p.a. pekat (37%, Bj. 1,19)
- HCl 25%
Encerkan 675,7 ml HCl p.a. pekat (37%) dengan air bebas ion menjadi 1 liter.
- HNO_3 pa. 67%

- Standar 0
Pipet 50 ml HCl 25% ke dalam labu ukur 500 ml yang berisi kira-kira 200 ml air bebas ion. Kocok campuran dan impitkan dengan air bebas ion.
- Pereaksi I (amonium molibdat 1%)
Timbang 10 g $\text{NH}_4\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dalam 1.000 ml air bebas ion.
- Pereaksi II (amonium vanadat 0,5%)
Timbang 0,5 g NH_4VO_3 + 70 ml 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 2000 ppm P dalam H_2O
Timbang 8.7742 g KH_2PO_4 (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 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 H_2O .
- 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 0,250 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam labu takar volume 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 25% dengan dispenser atau pipet volume 10 ml. Panaskan pada *hot plate* sampai larut sempurna, mendidih 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 jika perlu disaring untuk mendapatkan ekstrak jernih dengan cepat.

Pengukuran P

Pipet 1 ml ekstrak jernih atau filtrat dan deret standar P masing-masing ke dalam tabung kimia. Tambahkan masing-masing 9 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 fotometer nyala dari ekstrak yang telah diencerkan dengan deret standar K sebagai pembanding.

5.5. Perhitungan

Kadar P_2O_5 -total (%)

$$= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml}) \times (100/\text{mg contoh}) \times \text{fp} \times (142/62) \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times 142/62 \times \text{fp} \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 0,04 \times 142/62 \times \text{fp} \times \text{fk}$$

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

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.

SNI 02-3776-2005

SNI 02-3769-2005

SNI 02-2858-2005

SNI 02-2811-2005

SNI 02-2810-2005

SNI 02-2800-2005

SNI 02-0086-2005

SNI 02-6681-2005

SNI 02-2806-1992

SNI 02-2808-1992

SNI 02-2871-1992

SNI 19-7030-2004

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 langsung secara flamephotometri.

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*)
- Spektrophotometer visible
- Flamephotometer

6.3. Pereaksi

- Larutan asam sitrat 2%
Timbang 10 g asam sitrat p.a. larutkan dalam 500 ml H₂O
- Air bebas ion yang bebas CO₂
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat pereaksi dalam penetapan ini.
- HNO₃ pa. 67%
- 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 NH₄ Mo₇ O₂₄ · 4H₂O masukan ke dalam 1.000 ml air bebas ion.
- Pereaksi II (amonium vanadat 0,5%)
Timbang 0,5 g NH₄VO₃ + 70 ml HNO₃ 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 H₂O
Timbang 8.7742 g KH₂PO₄ (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 1 ml filtrat dan deret standar P masing-masing ke dalam tabung kimia. Tambahkan masing-masing 9 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 fotometer nyala dari ekstrak yang telah diencerkan dengan deret standar K sebagai pembanding.

6.5 Perhitungan

Kadar P_2O_5 asam sitrat 2% (%)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml}) \times (100/\text{mg contoh}) \times \text{fp} \times \\
 &\quad (142/90) \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times 142/90 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 0,04 \times 142/190 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

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)
142/190	=	faktor konversi bentuk PO_4 menjadi P_2O_5
94/78	=	faktor konversi bentuk K menjadi K_2O

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. 17th ed.

SNI 02-3776-2005

SNI 02-3769-2005

SNI 02-2800-2005

SNI 02-0086-2005

SNI 02-2857-1992

SNI 02-2803-2000

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 secara flamephotometri.

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*)
- Spektrophotometer visible
- Flamephotometer

7.3. Preaksi

- Air bebas ion yang bebas CO₂
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat preaksi dalam penetapan ini.
- HNO₃ pa. 67%
- Preaksi I (amonium molibdat 1%)
Timbang 10 g NH₄ Mo₇ O₂₄ . 4H₂O masukan ke dalam 1.000 ml air bebas ion.
- Preaksi II (amonium vanadat 0,5%)
Timbang 0,5 g NH₄VO₃ + 70 ml HNO₃ p.a. masukan ke dalam 1.000 ml air bebas ion yang telah dididihkan dahulu.
- Preaksi campuran (1 bagian Preaksi I + 1 bagian preaksi II)
Gunakan dalam keadaan segar, tidak dapat dipakai lebih dari 1 malam.
- Standar induk 2.000 ppm P dalam H₂O
Timbang 8.7742 g KH₂PO₄ (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 1 ml filtrat dan deret standar P masing-masing ke dalam tabung kimia. Tambahkan masing-masing 9 ml preaksi 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 fotometer nyala dari ekstrak yang telah diencerkan dengan deret standar K sebagai pembanding.

7.5. Perhitungan

Kadar P_2O_5 larut dalam air (%)

$$= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml}) \times (100/\text{mg contoh}) \times \text{fp} \times (142/90) \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times 142/90 \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 0,04 \times 142/90 \times \text{fk}$$

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)

142/90 = faktor konversi bentuk PO_4 menjadi P_2O_5

94/78 = faktor konversi bentuk K menjadi K_2O

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. 17th ed.

SNI 02-3776-2005

SNI 02-3769-2005

SNI 02-2800-2005

SNI 02-0086-2005

SNI 02-2857-1992

SNI 02-2803-2000

8. Penetapan Unsur Makro, Mikro dan Logam Berat Total

8.1. Prinsip

Contoh pupuk dilarutkan dalam HCl 25%. 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 spektrofotometer 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. Preaksi

- HCl pekat (37%, Bj. 1,19) p.a.
- HCl 25%
Encerkan 675,68 ml HCl pekat (37%) dengan air bebas ion menjadi 1 liter.
- Standar 0
Pipet 50 ml HCl 25% ke dalam labu ukur 500 ml yang berisi kira-kira 200 ml air bebas ion. Kocok campuran dan impitkan dengan air bebas ion.
- CH₃COOH glasial (100%) p.a.
- H₃PO₄ pekat (70%) p.a.
- Standar pokok 1.000 ppm S
Ditimbang 5,4459 g K₂SO₄ 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 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 BaCl₂-Tween
Ditimbang 3 g serbuk BaCl₂ 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 BaCl₂ 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 50 ml CH_3COOH glasial, 20 ml HCl pekat dan 20 ml H_3PO_4 pekat, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion menjadi 1 l.

- 100 ppm Na, 50 ppm Mg, 250 ppm Ca.

Dipipet masing-masing :

10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Na

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 perlahan 10 ml HCl 25%, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.

- Deret standar campur Na (0-100 ppm), Ca (0-250 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	10	20	40	60	80	100	ppm Na
0	25	50	100	150	200	250	ppm Ca
0	1	2	4	6	8	10	ppm Mg

- Larutan La 2,5%

Timbang 44,14 g LaCl_3 , 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 (0-100 ppm)

Pipet 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 10 ml HCl 25% dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 10; 20; 40; 60; 80; dan 100 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 NH_4 -Asetat, 10 g EDTA-4Na dan nitrilotriaceticacid (NTA) 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 1 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

Timbang teliti 0,200 hingga 0,500 g (tergantung kadarnya) contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam labu takar volume 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 25 % 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.

8.4.1. Pengukuran 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%. Kocok dengan menggunakan pengocok tabung sampai homogen. Ca, Mg, dan Na diukur menggunakan SSA dengan deret standar sebagai pembanding. Bila diperlukan pengenceran, gunakan larutan La 0,25% sebagai larutan pengencer.

8.4.2. Pengukuran S

Pipet masing-masing 1 ml ekstrak dan deret standar S ke dalam tabung kimia. Ditambahkan masing-masing 7 ml asam campur dan 2,5 ml larutan BaCl₂-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, Ca, 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 N₂O-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 (%)

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

Kadar S (%) = ppm kurva x 100/1.000 ml x 100/mg contoh x fk

$$= \text{ppm kurva} \times 10 / \text{mg contoh} \times \text{fk}$$

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

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

$$= \text{ppm kurva} \times 100/\text{g contoh} \times \text{fk}$$

Kadar unsur logam berat (ppm)

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 1.000/\text{g contoh} \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 100/\text{g contoh} \times \text{fk}$$

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. 17th ed.

SNI 02-2804-1992

SNI 02-2807-1992

SNI 13-4704-1995

SNI 19-7030-2004

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 dalam campuran asam pekat HNO_3 dan HClO_4 . Hg dalam analit direduksi dengan 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.

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. Perekasi

- HNO₃ pekat (65%) p.a.
- HClO₄ pekat (60%) p.a.
- H₂SO₄ pekat (95-97%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi (DHL < 1 □S/cm)
- Standar pokok 1.000 ppm Hg (Titrisol)
- Standard 0 (larutan HClO₄ 1%)
Dipipet 10 ml HClO₄ 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 standar pokok Hg ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Deret Standar Hg: 0; 10; 20 dan 30 ppb Hg
Pipet masing-masing 0; 1; 2 dan 3 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 SnCl₂ 0,1% dalam H₂SO₄ encer
Sebanyak 1 g SnCl₂ dilarutkan dengan H₂O hingga sekitar 500 ml di dalam labu ukur 1 l. Ditambahkan perlahan 10 ml H₂SO₄ (p) sambil labu digoyangkan dan dijadikan 1 l dengan H₂O,
- Larutan H₂SO₄ encer
Sebanyak 5 ml H₂SO₄ (p) dimasukkan perlahan ke dalam labu ukur 1 l yang berisi sekitar 500 ml H₂O, dijadikan 1 l dengan H₂O dan kocok hingga homogen.

9.4. Cara kerja

Timbang teliti 0,200 hingga 0,500 g (tergantung kadarnya) contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam labu takar volume 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 25% 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.

Ekstrak jernih diukur dengan SSA yang dilengkapi Generator Uap pada 253,7 nm dengan deret standar Hg sebagai pembanding. Gas pembawa

dialirkan, pereaksi SnCl₂, larutan H₂SO₄ encer, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap masing-masing.

9.5. Perhitungan

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

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. 17th ed.

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 NaBH₄ 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

- HNO₃ pekat (65%) p.a.
- HClO₄ pekat (60%) p.a.
- HCl pekat (37%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi
- Larutan natrium borohidrida, NaBH₄
Larutkan 10 g NaBH₄ 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 HClO₄ 10%)
Pipet 10 ml HClO₄ 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, 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

Timbang teliti 0,200 hingga 0,500 g (tergantung kadarnya) contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam labu takar volume 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 25% 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.

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

Preparasi contoh untuk pengukuran As. Pipet masing-masing 1 ml deret standar campuran, ekstrak jernih dan blanko ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 15 ml NaI 2%, aduk dan biarkan paling sedikit 30 menit sebelum diukur.

Logam berat lainnya dapat diukur langsung. 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

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.

11. Penetapan Besar Butir/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

11.3. Cara kerja

Timbang teliti 25 g contoh asli, masukan dalam ayakan tersusun (yang paling atas No.25 selanjutnya No.80). Diayak selama ½ jam. Timbang masing-masing contoh yang tidak lolos pada setiap ayakan tersebut.

11.4. Perhitungan

Lolos ayakan mesh No.25 = $W - W1/W \times 100 \%$

Lolos ayakan mesh No. 80 = $W - (W1 + W2) /W \times 100 \%$

Keterangan:

W = berat contoh

W1 = berat contoh yang tidak lolos No. 25

W2 = berat contoh yang tidak lolos No. 80

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. 17th ed.

SNI 02-3776-2005

SNI 02-2858-2005

SNI 02-2810-2005/SII. 1685-85

SNI 02-2804-1992

SNI 02-2811-2005

SNI 13-4704-1995

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 H₂SO₄ 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 H₂SO₄ (%)

$$= 49 \times V \times N \times 100 \text{ ml}/50 \text{ ml} \times 100 \% / W \times \text{fk}$$

Keterangan:

- V = banyaknya NaOH 0,10 N dalam ml
 N = normalitas NaOH (0,10)
 W = berat contoh dalam mg
 fk = faktor koreksi kadar air = $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

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. 17th ed.

SNI 02-2809-2005

SNI 02-2800-2005

SNI 02-2581-2005

SNI 02-1760-2005

SNI 02-0086-2005

SNI 02-2801-1998

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. Perekasi

- Larutan NaOH 0,10 N yang telah distandardisasi
- Penunjuk phenolphtalin (PP) 0,1%

Larutkan 100 mg phenolphtalin dalam 100 ml etanol 96%.

- Aseton (CH_3COCH_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

- 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.
- SNI 02-3769-2005
 SNI 02-2809-2005
 SNI 02-2800-2005
 SNI 02-2581-2005
 SNI 02-1760-2005
 SNI 02-0086-2005
 SNI 02-2801-1998

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 4 N.
HCl pekat 37%, Bj 1,19 (12 N) diencerkan 3x
- HCl 0,04 N
Encerkan HCl 4 N sebanyak 10 x
- Larutan BaCl₂–Tween-80,
Timbang 3 g BaCl₂.2H₂O, 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 campuran
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 2,5 liter dengan air bebas ion.
- Standar induk 1.000 ppm S
Timbang 5.4354 g K₂SO₄ 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 0,04 N
Pipet 50 ml standar 100 ppm S ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 1 ml larutan HCl 4 N 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 N 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 0,250 g contoh pupuk ke dalam labu takar 100 ml, tambahkan 10 ml HCl 4 N dengan dispenser dan panaskan pada *hot plate* sampai larut sempurna. Dinginkan dan volume ditepatkan sampai tanda tera 100 ml dengan air bebas ion. Tutup dan kocok bolak balik dengan tangan sampai homogen, saring.

Pipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung kimia dan tambahkan 9 ml air bebas ion (pengenceran 10 x), kocok sampai homogen. Pipet masing-masing 1 ml deret standar S dan ekstrak contoh yang telah diencerkan 10 x ke dalam tabung kimia. Tambahkan 7 ml asam campur dan 1 ml BaCl₂-tween kemudian kocok sampai homogen.

Diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 494 nm dengan deret standar S sebagai pembanding.

14.5. Perhitungan

$$\begin{aligned}\text{Kadar S (\%)} &= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml}) \times (100/\text{mg contoh}) \times \text{fp} \times \\ &\quad \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times 10 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,4 \times \text{fk}\end{aligned}$$

Keterangan:

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

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. 17th ed.

SNI 02-3769-2005

SNI 02-2809-2005

SNI 02-1760-2005

SNI 02-2807-1992

15. Penetapan Silikat

15.1. Dasar penetapan

Bahan yang tak larut dalam HCl, dengan HF akan membentuk SiF₄ 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
- H₂SO₄ 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 H₂SO₄ 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

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.

SNI 02-2804-1992

SNI 13-4704-1995

16. Penetapan klor

16.1. Prinsip

Khlorida ditetapkan secara titrasi Argentometri (Mohr), dari ekstrak air dengan indikator khromat. Ion perak dengan ion klorida memberikan endapan putih dan kelebihan perak dengan khromat 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 AgNO_3 0,01 N
Timbang 1,6985 g AgNO_3 masukan ke dalam labu ukur 1.000 ml, impitkan hingga tanda garis dengan air bebas ion.
- Larutan indikator K_2CrO_4 5%
Timbang 5 g K_2CrO_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 K_2CrO_4 5%. Titar dengan larutan 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 (%)

$$\begin{aligned} &= (V_b - V_c) \times N \times 35,5 \times \text{ml ekstrak/ml ekstrak dipipet} \times 100/\text{mg} \\ &\quad \text{contoh} \times \text{fk} \\ &= (V_b - V_c) \times N \times 35,5 \times 100/10 \times 100/1.000 \times \text{fk} \\ &= (V_b - V_c) \times N \times 35,5 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

$$V_b = \text{banyaknya titran untuk penitaran blanko (ml)}$$

V_c	=	banyaknya titran untuk penitaran contoh (ml)
N	=	normalitas larutan $AgNO_3$
35,5	=	berat setara Cl
100	=	faktor konversi ke %
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. 17th ed.

SNI 02-2871-1992

SNI 02-2810-2005

SNI 02-6681-2005

SNI 02-2806-1992

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 ($CaCO_3$) dan dolomit ($CaMg(CO_3)_2$), namun dapat juga berupa senyawa hidroksida seperti kalsium hidroksida ($Ca(OH)_2$) 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 dititar dengan larutan basa baku menggunakan PP sebagai indikator. Daya Netralisasi kapur dinyatakan sebagai setara kalsium karbonat ($CaCO_3$).

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. Preaksi

- Air bebas ion dan CO_2
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 gram pp dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml diencerkan menggunakan alkohol sampai dengan 100 ml, Kocok
- CaCO₃ G.R.

17.4. Cara Kerja

Timbang 0,500 gram contoh dan timbang 0,500 gram CaCO₃ (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 CO₂ 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 CaCO₃ dan blanko.

17.5. Perhitungan

Daya Netralisasi (% Setara CaCO₃) (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 CaCO₃

100 = konversi ke %

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

adbk = atas dasar bahan kering.

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. 17th ed.

SNI 13-4704-1995

SNI 13-4704-1995

SNI 13-4704-1995

SNI 02-0482-1998.

SNI 02-2804-2005

B. ANALISIS PUPUK ORGANIK

1. Persiapan Contoh dan Kadar Bahan Ikutan

1.1. Prinsip

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

1.3. Cara kerja

Timbang teliti 100 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 gram

W1 = bobot bahan tidak lolos ayakan 2 mm dalam gram

Faktor koreksi bahan ikutan (fki) = $(100 - \% \text{ bahan ikutan})/100$

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. 17th ed.

SNI 19-7030-2004

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

2.3. Cara kerja

Timbang 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 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

$$\text{Kadar air (\%)} = (W - W_1) \times 100/W$$

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

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.

SNI 19-7030-2004

3. Penetapan pH

3.1. Dasar penetapan

Nilai pH menunjukkan konsentrasi ion H^+ dalam larutan, yang dinyatakan sebagai $-\log[H^+]$. Peningkatan konsentrasi H^+ menaikkan potensial larutan yang diukur oleh alat dan dikonversi dalam skala pH. Elektroda gelas merupakan elektrode selektif khusus H^+ , 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 sudah terdiri atas elektrode pembanding dan elektrode gelas (elektroda kombinasi).

3.2. Alat-alat

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

3.3. Pereaksi

- Larutan buffer pH 7,0 dan pH 4,0

3.4. Cara kerja

Ditimbang 10,00 g contoh pupuk organik halus, dimasukkan ke dalam botol kocok, ditambah 50 ml air bebas ion. Kemudian dikocok dengan mesin kocok selama 30 menit. Suspensi tanah diukur dengan pH meter yang telah dikalibrasi menggunakan larutan buffer pH 7,0 dan pH 4,0.

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. 17th ed.

SNI 19-7030-2004

4. Penetapan Kadar Abu

4.1. Prinsip

Kadar abu/sisa pijar ditetapkan dengan cara pengabuan pada suhu 550 – 600 °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

4.3. Cara kerja

- Contoh pupuk bekas penetapan kadar air (butir 3.2) 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.

4.4. Perhitungan

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

$$\text{Kadar bahan organik (\%)} = (W - W_2) / W \times f_k \times f_{ki} \times 100$$

$$\text{Kadar C-organik (\%)} = \text{Kadar bahan organik} \times 0,58$$

Keterangan:

W₂ = berat abu dalam gram

W = berat contoh dalam gram

f_{ki} = faktor koreksi bahan ikutan = (100 - % bahan ikutan)/100

f_k = 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. 17th ed.

5. Kadar N total

5.1. Prinsip

N-organik dan N-NH₄ 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 digestor Kjeldahl therm)

- Unit destilator/labu Kjeldahl
- Titrator/buret
- Dispenser
- Erlenmeyer vol. 100 ml
- Dispenser

5.3. Preaksi

- H_2SO_4 pa. 98%
- Larutan baku H_2SO_4 0,05 N
Pipet 25 ml standar titrisol H_2SO_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.

5.3. Cara kerja

5.3.1. Penetapan *N-organik dan N-NH₄*,

Timbang teliti 0,250 g contoh pupuk organik yang telah dihaluskan ke dalam labu Kjeldahl/ tabung digester. Tambahkan 0,25 – 0,50 g selenium mixture dan 3 ml H_2SO_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 H_2SO_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- NH₄*

Timbang teliti 1 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_2SO_4 0,05 N, hingga titik akhir (warna larutan berubah dari hijau menjadi merah jambu muda) = B ml, blanko = B1 ml.

5.3.3. Penetapan $N-NO_3$

Bekas penetapan di atas ($N-NH_4$) 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_2SO_4 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 $N-NH_4$

Kadar N (%) = $(A \text{ ml} - A1 \text{ ml}) \times 0,05 \times 14 \times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fk}$

$N-NH_4$

Kadar $N-NH_4$ (%) = $(B \text{ ml} - B1 \text{ ml}) \times 0,05 \times 14 \times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fk}$

$N-NO_3$

Kadar $N-NO_3$ (%) = $(C \text{ ml} - C1 \text{ ml}) \times 0,05 \times 14 \times 100 / \text{mg contoh} \times \text{fk}$

Keterangan:

A ml = ml titran untuk contoh ($N\text{-org} + N-NH_4$)

A1 ml = ml titran untuk blanko ($N\text{-org} + N-NH_4$)

B ml = ml titran untuk contoh ($N-NH_4$)

B1 ml = ml titran untuk blanko ($N-NH_4$)

C ml = ml titran untuk contoh ($N-NO_3$)

C1 ml = ml titran untuk blanko ($N-NO_3$)

14 = bobot setara N

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

Kadar N-organik (%) = (Kadar N-organik dan $N-NH_4$) - Kadar $N-NH_4$

Kadar N-total (%) = Kadar N-organik + $N-NH_4$ + $N-NO_3$

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. 17th ed.

SNI 19-7030-2004

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

- H₂SO₄ pa. 98%, BJ 1,84
- K₂Cr₂O₇ 1 N
Timbang 98,1 g K₂Cr₂O₇ + 100 ml H₂SO₄ pa masukan dalam 1.000 ml air bebas ion
- Larutan standar 5000 ppm C
Timbang 12,5 g glukosa dalam 1.000 ml air bebas ion

6.4. Cara kerja

Timbang 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 K₂Cr₂O₇ 1 N, kocok, dan 7 ml H₂SO₄ 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 H₂SO₄ dan 7 ml larutan K₂Cr₂O₇ 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 561 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 = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

Kadar bahan organik (%) = $100/58 \times \text{kadar C-org (\%)}$

100 /58 adalah faktor Van Bemmelen

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. 17th ed.

SNI 19-7030-2004

7. Penetapan Unsur Makro dan Mikro Total

7.1. Dasar penetapan

Contoh dioksidasi basah dengan HNO_3 dan 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 spektrometer serapan atom.

7.2. Alat-alat

- Neraca analitik
- Labu Kjeldahl volume 50 ml
- Tabung dan Block digester Kjeldahl therm
- Labu takar volume 50 ml
- 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 visible
- Spektrometer serapan atom

7.3. Pereaksi

- HNO_3 pa 65%
- HClO_4 pa. 70%
- Larutan standar induk K, Na, Ca, Mg, Fe, Al, Mn, Cu, Zn masing-masing 1.000 ppm dalam air bebas ion.
- Larutan standar induk 500 ppm PO_4 , 500 ppm S dan 100 ppm B dalam air bebas ion.
- Larutan LaCl_3 25.000 ppm (67 g LaCl_3 + 15 ml HCl 25% dalam 1.000 ml air bebas ion.

- Deret standar campuran I mengandung: K, Na, Ca, dan Mg dalam ekstrak yang sama dengan ekstrak contoh dengan kepekatan sbb.:
0; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ppm K
0; 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm Na
0; 2,5; 5; 10; 15; 20; dan 25 ppm Ca
0; 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm Mg
- Deret standar campuran II mengandung: Fe, Mn, Al, Cu, dan Zn dalam ekstrak yang sama dengan ekstrak contoh dengan kepekatan sbb.:
0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ppm Fe
0; 10; 20; 40; 60; 80; dan 100 ppm Al
0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ppm Mn
0; 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm Cu
0; 0,25; 0,5; 1; 1,5; 2; dan 2,5 ppm Zn
- Deret standar Campuran III mengandung: P, S dan B dalam ekstrak yang sama dengan ekstrak contoh dengan kepekatan sbb.:
0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ppm PO₄
0; 5; 10; 20; 30; 40; dan 50 ppm S
0; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; dan 2 ppm B
- **Pereaksi pembangkit pewarna penetapan fosfat:**
Pereaksi pekat; 12 g amonium heptamolibdat + 0,275 g kalium antimoniltartat + 140 ml H₂SO₄ dalam 1.000 ml air bebas ion.
Pereaksi encer (dibuat ketika akan digunakan, tidak dapat disimpan); 0,53 g asam askorbat + 50 ml pereaksi pekat dijadikan 500 ml dengan air bebas ion.
- **Pereaksi untuk pengukuran S**
Asam campur: 125 ml asam asetat glasial + 50 ml HCl + 50 ml asam fosfat dijadikan 500 ml (untuk pemakaian diencerkan 5 x dengan H₂O).
BaCl₂-Tween: 3 g BaCl₂ + 4 ml Tween -80 dijadikan 100 ml dengan air bebas ion.
- **Pereaksi penetapan B**
Larutan buffer: 100 g NH₄-asetat + 10 g Titriplex II + 4 g Titriplex I + 50 ml asam asetat glasial dijadikan 200 ml dengan air bebas ion.
Azomethine-H: 0,53 g azomethine-H + 1 g asam askorbat dilarutkan dengan 50 ml dengan air bebas ion (bila perlu dipanaskan).

7.4. Cara kerja

Timbang teliti 0,5 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam labu digestion /labu Kjeldahl. Tambahkan 5 ml HNO₃ dan 0,5 ml HClO₄, kocok-kocok dan biarkan semalam. Panaskan pada block digester mulai dengan suhu 100 °C, setelah uap kuning habis suhu dinaikan hingga 200 °C. Destruksi diakhiri bila sudah keluar uap putih dan cairan dalam labu tersisa sekitar 0,5 ml. Dinginkan dan encerkan dengan H₂O dan volume ditetapkan menjadi 50 ml,

kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring W-41 agar didapat ekstrak jernih (ekstrak A).

Pengukuran K dan Na

Pipet 1 ml ekstrak A 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 (ekstrak B). Ukur K dan Na dalam ekstrak B menggunakan flamefotometer atau SSA dengan deret standar Campuran I sebagai pembanding, dicatat emisi/absorbansi baik standar maupun contoh.

Pengukuran fosfat

Pipet 1 ml ekstrak B ke dalam tabung kimia volume 20 ml (dipipet sebelum pengukuran K dan Na), begitupun masing-masing deret standar P (standar Campuran III). Tambahkan masing-masing 9 ml pereaksi pembangkit warna ke dalam setiap contoh dan deret standar, kocok dengan Vortex mixer sampai homogen. Biarkan 15 – 25 menit, lalu diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm dan dicatat nilai absorbansinya.

Pengukuran Ca dan Mg

Pipet 1 ml ekstrak A ke dalam tabung kimia volume 20 ml, tambahkan 9 ml air bebas ion dan 1 ml larutan LaCl_3 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 LaCl_3 25.000 ppm. Kocok dengan Vortex mixer sampai homogen. Diukur dengan SSA dan dicatat nilai absorbansinya.

Pengukuran S

Pipet masing-masing 1 ml ekstrak A dan deret standar S (standar Campuran III) ke dalam tabung kimia. Tambahkan 7 ml asam campur dan 1 ml larutan BaCl_2 Tween, kocok sampai homogen. Diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 494 nm, dicatat nilai absorbansinya.

Pengukuran B

Pipet masing-masing 4 ml ekstrak A 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 494 nm.

Pengukuran unsur mikro (Fe, Al, Mn, Cu dan Zn)

Unsur mikro dari ekstrak A di atas diukur langsung dengan SSA, hasilnya dibandingkan dengan deret standar Campuran II (biasanya Fe dalam ekstrak A 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 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)

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

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 = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$
100	=	faktor konversi ke %
31	=	bobot atom P
95	=	bobot molekul PO ₄

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. 17th ed.

SNI 19-7030-2004

8. Penetapan Total Logam Berat

8.1. Prinsip

Contoh dioksidasi basah dengan HNO₃ dan HClO₄. 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 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. Preaksi

- HNO₃ pekat (65%) p.a.
- HClO₄ pekat (60%) p.a.
- Standard 0 (larutan HClO₄ 1%)

Pipet 10 ml HClO₄ 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 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 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

Timbang teliti 1,0 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam labu digestion. Tambahkan 5 ml HNO₃ dan 0,5 ml HClO₄, kocok-kocok dan biarkan semalam. Panaskan pada block digester mulai dengan suhu 100 °C, setelah uap kuning habis suhu dinaikan hingga 200 °C. Destruksi diakhiri bila sudah keluar uap putih dan cairan dalam labu tersisa sekitar 0,5 ml. Dinginkan dan encerkan dengan H₂O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring W-41 agar didapat ekstrak jernih (ekstrak A).

Pengukuran unsur logam berat (Pb, Cd, Co, Cr, Ni, As, Sn, Ag, Se, Mo)

Logam berat dari ekstrak A 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

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.

SNI 19-7030-2004

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* = 10⁻⁹). Contoh diekstraksi dalam campuran asam pekat HNO₃ dan HClO₄. Hg dalam analit direduksi dengan SnCl₂ 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 Perekasi

- HNO₃ pekat (65%) p.a.
- HClO₄ pekat (60%) p.a.
- H₂SO₄ pekat (95-97%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi (DHL < 1 µS/cm)
- Standar pokok 1.000 ppm Hg (Titrisol)
- Standar 0 (larutan HClO₄ 1%)
Pipet 10 ml HClO₄ 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; 10; 20; dan 30 ppb Hg
Pipet masing-masing 0; 1; 2; dan 3 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 SnCl₂ 0,1% dalam H₂SO₄ encer
Sebanyak 1 g SnCl₂ dilarutkan dengan H₂O hingga sekitar 500 ml di dalam labu ukur 1 l. Ditambahkan perlahan 10 ml H₂SO₄ (p) sambil labu digoyangkan dan dijadikan 1 l dengan H₂O,
- Larutan H₂SO₄ encer
Sebanyak 5 ml H₂SO₄ (p) dimasukkan perlahan ke dalam labu ukur 1 l yang berisi sekitar 500 ml H₂O, dijadikan 1 l dengan H₂O dan kocok hingga homogen.

9.4. Cara kerja

Timbang teliti 1,000 g contoh pupuk yang telah dihaluskan masukan ke dalam tabung *digestion*. Tambahkan 5 ml HNO₃ dan 0,5 ml HClO₄, kocok-kocok dan biarkan semalam. Panaskan tabung pada *block digester* mulai dengan suhu 100 °C, setelah uap kuning habis suhu dinaikan hingga 200 °C. Destruksi diakhiri bila sudah keluar uap putih dan cairan dalam labu tersisa sekitar 0,5 ml. Dinginkan dan encerkan dengan H₂O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring W-41 agar didapat ekstrak jernih.

Ekstrak diukur dengan SSA yang dilengkapi Generator Uap pada 253,7 nm dengan deret standar Hg sebagai pembanding. Gas pembawa dialirkan, pereaksi SnCl₂, larutan H₂SO₄ encer, dan deret standar/contoh dimasukkan ke dalam generator melalui pipa pengisap 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

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.

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 NaBH₄ 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 1 l
- Pipet 1-10 ml
- Tabung reaksi 30 ml

10.3. Pereaksi

- HNO₃ pekat (65%) p.a.
- HClO₄ pekat (60%) p.a.
- HCl pekat (37%) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi
- Larutan natrium borohidrida, NaBH₄

Larutkan 10 g NaBH₄ 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 HClO₄ 10%)

Dipipet 10 ml HClO₄ 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.

10.4. Cara kerja

Timbang teliti 1,000 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam tabung *digestion*. Tambahkan 5 ml HNO₃ dan 0,5 ml HClO₄, kocok-kocok dan biarkan semalam. Panaskan tabung pada *block digester* mulai dengan suhu 100 °C, setelah uap kuning habis suhu dinaikan hingga 200 °C. Destruksi diakhiri bila sudah keluar uap putih dan cairan dalam labu tersisa sekitar 0,5 ml. Dinginkan dan encerkan dengan H₂O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring W-41 agar didapat ekstrak jernih.

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

Preparasi contoh untuk pengukuran As. Pipet masing-masing 1 ml deret standar campuran, contoh dan blanko ke dalam tabung reaksi 30 ml. Tambahkan 15 ml NaI 2%, aduk dan biarkan paling sedikit 30 menit sebelum diukur.

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

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.

SNI 19-7030-2004

11. Penetapan Kapasitas Tukar Kation

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. Perekasi

- Larutan NH_4 -asetat pH 7
Timbang 78,1 g $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ pa., masukan ke dalam 1 l air bebas ion
- Larutan NaCl 10%
Timbang 100 g NaCl pa., masukan ke dalam 1 l air bebas ion
- Etanol 96%
- Larutan H_2SO_4 0,05 N
- Larutan NaOH 40%
Timbang 400 g NaOH masukan ke dalam 1 l air bebas ion
- Indikator Conway
Timbang 0,15 g BCG + 0,10 g MM masukka 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_2SO_4 0,05 N hingga warna larutan tepat berubah dari hijau ke merah jambu. Penetapan blanko dikerjakan.

11.5. Perhitungan

KTK ($\text{cmol}^+ \text{kg}^{-1}$)

$$\begin{aligned} &= (V_c - V_b) \times N/10 \times \text{ml perkolat/ml perkolat dipipet} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \\ &\quad \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N/10 \times 50 \text{ ml}/20 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N/10 \times 50/20 \times 1.000/2,5 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 100 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

V_c = ml titran untuk contoh

V_b = ml titran untuk blanko

N = normalitas H_2SO_4

10 = konversi mmol ke cmol

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. 17th ed.
- 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.

V. 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.
- 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. 20th 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. Temminghoff. 1994. Soil and plant analysis, part 5A. Soil analysis procedures, extraction with 0,01 M CaCl₂. 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 & LAWO. 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 NaHCO₃ 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

Lampiran 1. Kondisi alat untuk pengukuran unsur-unsur

SSA Perkin Elmer 2380

Measurement	Ca	Mg
Wavelength (nm)	: 422,7 nm	285,2 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 10	10
Oxidant	: 30	30
Detection Limit	: 0,08 ppm	0,03 ppm

Measurement (emision)	K	Na
Wavelength (nm)	: 766,0 nm	589,0 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+ Acetylene
Fuel flow	: 10-15	10-20
Oxidant	: 40-50	20-40
Detection Limit	: ppm	ppm

SSA Hitachi Z-8230

Measurement	Fe	Al	Mn
Wavelength (nm)	: 248,3 nm	309,3 nm	279,6 nm
Flame type	: Air+Acetylene	N ₂ O+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 2,0 l/min	6,0 l/min	1,7 l/min
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa	160 kPa
Detection Limit	: 0,02 ppm	0,3 ppm	0,01 ppm

Measurement	Cu	Zn
Wavelength (nm)	: 324,8 nm	213,9 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 2,2 l/min	1,7 l/min
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa
Detection Limit	: 0,01 ppm	0,006 ppm

Measurement	K	Na
Wavelength (nm)	: 766,5 nm	589,0 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 0,8 l/min	0,8 l/min
Oxidant	: 145 kPa	145 kPa
Detection Limit	: 0,08 ppm	0,007 ppm

Measurement (emision)	K	Na
Wavelength (nm)	: 766,5 nm	589,0 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 0,5 l/min	0,5 l/min
Oxidant	: 141 kPa	141 kPa
Detection Limit	: 0,006 ppm	0,001 ppm

SSA Hitachi Z-5000

Sistem Nyala

Measurement	Pb	Cd	Co
Wavelength (nm)	: 283,3 nm	228,8 nm	240,7 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 2,2 l/min	2,0 l/min	2,2 l/min
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa	160 kPa
Detection Limit	: 0,04 ppm	0,003 ppm	0,02 ppm

Measurement	Cr	Ni	Mo
Wavelength (nm)	: 359,3 nm	232,0 nm	313,3 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene	N ₂ O+Acetylene
Fuel flow	: 2,4 l/min	2,2 l/min	6,6 l/min
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa	160 kPa
Detection Limit	: 0,04 ppm	0,03 ppm	0,7 ppm

Measurement	Ag	As	Se
Wavelength (nm)	: 328,1 nm	193,7 nm	196,0 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+H ₂ (Acetylene)	Air+H ₂ (Acetylene)
Fuel flow	: 2,2 l/min	5,0 l/min	5,0 l/min
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa	160 kPa
Detection Limit	: ppm	0,8 ppm	0,3 ppm

Measurement	Sn	Si
Wavelength (nm)	: 224,6 nm	251,6 nm
Flame type	: Air+H ₂ (Acetylene)	N ₂ O+ Acetylene
Fuel flow	: 5,0 l/min	5,0 l/min
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa
Detection Limit	: 1,15 ppm	0,4 ppm

Sistem Uap Dingin

Measurement	Hg
Wavelength (nm)	: 253,7 nm
Carrier gas	: Argon/500 kPa
Gas Flow	: -
Detection Limit	: 0,15 ppb

Sistem Hidrida (Uap Panas)

Measurement	As	Se	Sn
Wavelength (nm)	: 193,7 nm	196 nm	224,6 nm
Flame type	: Air+C ₂ H ₂	Air+C ₂ H ₂	Air+C ₂ H ₂
Gas flow	: 2,3 l/min	1,8 l/min	13,7 l/min
Carrier Gas	: Argon/500 kPa	Argon/500 kPa	Argon/500 kPa
Oxidant	: 15 l/min (160 kPa)	15 l/min(160 kPa)	15l/min(160kPa)
Detection Limit	: 11,1 ppb	1,8 ppb	ppb

Measurement	Sb	Bi
Wavelength (nm)	: 217,6 nm	223,1 nm
Gas flow	: 2,4 l/min	2,2 l/min
Carrier Gas	: Argon/500 kPa	Argon/500 kPa
Oxidant	: 15 l/min (160 kPa)	15 l/min (160 kPa)
Detection Limit	: ppb	ppb

Sistem Tanur Grafit

Measurement	Mo	Pb	Cd
Wavelength (nm)	: 313,3 nm	283,3 nm	228,8 nm
Gas flow	: 200 ml/min	30 ml/min	30 ml/min
Carrier Gas	: Argon	Argon	Argon
Injection Volume	: 20 µl	50 µl	50 µl
Atomization Temp.	: 2400 °C	1400 °C	1500 °C
Detection Limit	: ? ppb	8,8 ppb	0,03 ppb

Measurement	Co	Cr	Ni
Wavelength (nm)	: 240,7 nm	359,3 nm	232 nm
Gas flow	: 30 ml/min	200 ml/min	30 ml/min

Carrier Gas	: Argon	Argon	Argon
Injection Volume	: 20 µl	30 µl	30 µl
Atomization Temp.	: 2400 °C	1500 °C	2700 °C
Detection Limit	: 1,2 ppb	12 ppb	1,3 ppb
Measurement	Ag	Sn	As
Wavelength (nm)	: 328,1 nm	224,6 nm	193,7 nm
Gas flow	: 30 ml/min	30 ml/min	30 ml/min
Carrier Gas	: Argon	Argon	Argon
Injection Volume	: 20 µl	20 µl	20 µl
Atomization Temp.	: 2200 °C	2400 °C	2500 °C
Detection Limit	: ppb	11 ppb	ppb
Measurement	Se	B	
Wavelength (nm)	: 196 nm	249,8 nm	
Gas flow	: 30 ml/min	200 ml/min	
Carrier Gas	: Argon	Argon	
Injection Volume	: 40 µl	50 µl	
Atomization Temp.	: 2500 °C	2400 °C	
Detection Limit	: ppb	ppb	

Lampiran 2. Pedoman penyajian laporan hasil analisis

No.	Parameter	Satuan	Desimal
	<i>Tanah</i>		
1.	Kadar air	%	2
2.	pH	-	1
3.	Daya hantar listrik	dS/m	3
4.	Kebutuhan kapur	kw/ha	2
5.	Kemasaman dapat tukar	cmol(+)/kg	2
6.	Tekstur	%	0
7.	P ₂ O ₅ (HCl 25%)	mg/100g	0
8.	K ₂ O (HCl 25%)	mg/100g	0
9.	P ₂ O ₅ (Olsen)	ppm	0
10.	P ₂ O ₅ (Bray)	ppm	1
11.	Retensi P	%	2
12.	Basa basa tukar (K, Na, Ca, Mg)	cmol(+)/kg	2
13.	Kapasitas tukar kation	cmol(+)/kg	2
14.	Kejenuhan basa	cmol(+)/kg	2
15.	DTPA (Fe, Mn, Cu, Zn)	%	0
16.	C-organik	ppm	1
17.	N-total	%	2
18.	Morgan wolf (makro+mikro)	%	2
19.	Unsur makro total	ppm	1
20.	Unsur mikro total	%	2
21.	Total logam berat	ppm	0
22.		ppm/ppb	1/0
	<i>Tanaman</i>		
1.	Kadar air	%	2
2.	N-total	%	2
3.	Unsur makro total	%	2
4.	Unsur mikro total	ppm	0
5.	Logam berat total	ppm/ppb	2/0

	<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)	m.e/l	2
5.	Unsur mikro (Fe, Mn, Cu, Zn)	m.e/l	2
6.	Ammonium	m.e/l	2
7.	Fosfat	m.e/l	2
8.	Karbonat & bikarbonat	m.e/l	2
9.	Klorida	m.e/l	2
10.	Sulfat	m.e/l	2
11.	Nitrat	m.e/l	2
12.	Boron	mg/l	2
13.	Logam berat total	ppm/ppb	1/0
	<i>Pupuk anorganik</i>		
1.	Kadar air	%	2
2.	Nitrogen total	%	2
3.	N-NH4	%	2
4.	N-NO3	%	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.	Setara CaCO ₃	%	2
15.	Klorida	%	2
16.	Logam berat total	ppm/ppb	0/0
	<i>Pupuk organik</i>		
1.	Kadar bahan ikutan	%	2
2.	Kadar air	%	2
3.	pH	-	1
4.	Abu	%	2
5.	N-total	%	2
6.	C-organik	%	2
7.	Unsur makro total	%	2
8.	Unsur mikro total	ppm	0
9.	Logam berat total	ppm/ppb	0/0
10.	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	0,75	>0,75
C/N	<5	5-10	11-15	16-25	>25
P ₂ O ₅ HCl 25% (mg/100g)	<15	15-20	21-40	41-60	>60
P ₂ O ₅ Bray (ppm P)	<4	5-7	8-10	11-15	>15
P ₂ O ₅ Olsen (ppm P)	<5	5-10	11-15	16-20	>20
K ₂ 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 Aluminium (%)	<5	5-10	1-20	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

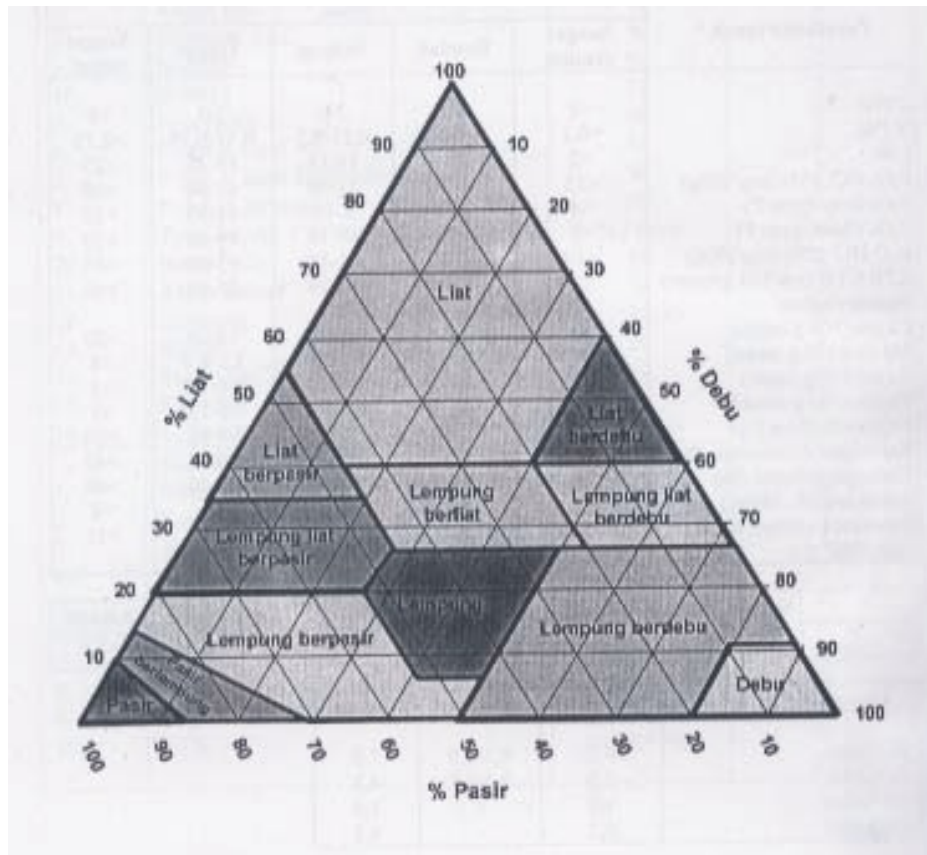
	Sangat masam	Masam	Agak masam	Netral	Agak alkalis	Alkalis
pH H ₂ O	<4,5	4,5-5,5	5,5-6,5	6,6-7,5	7,6-8,5	>8,5

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 ₄ (ppm)	2	2	3	8	21
NO ₃ (ppm)	1	2	4	10	20
SO ₄ (ppm)	20	40	100	250	400
Cl (ppm)	30	50	100	325	600

* Penilaian ini hanya didasarkan pada sifat umum secara empiris

Lampiran 4. Diagram Segitiga Tekstur menurut USDA (Soil Survey Staff, 1990)



Clay	= liat	Silt	= debu
Silty Clay	= liat berdebu	Silty Loam	= lempung berdebu
Sandy Clay	= liat berpasir	Loam	= lempung
Silty Clay Loam	= lempung liat berdebu	Sandy Loam	= lempung berpasir
Sandy Clay Loam	= lempung liat berpasir	Loamy Sand	= pasir berlempung
Clay Loam	= lempung berliat	Sand	= pasir

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 2+)	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

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 ₂ O ₅					
	- Total	% blb	min. 28	min. 24	min. 14	min. 10
	- Larut dalam asam sitrat 2%	% blb	min. 7	min. 6	min. 3,5	min. 2,5
2.	Kadar air	% blb	maks. 5	maks. 5	maks. 5	maks. 5
3.	Kehalusan					
	- Kehalusan lolos 80 mesh Tyler	% blb	min. 50	min. 50	min. 50	min. 50
	- Kehalusan lolos 25 mesh Tyler	% blb	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 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 (H₂P₀₄)

Syarat mutu pupuk SP-36 SNI 02-3769-2005

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar unsur hara fosfor sebagai P ₂ O ₅		
	- P ₂ O ₅ total	%	Minimal 36
	%	%	Minimal 34
	min. 36	%	Minimal 30
2	- P ₂ O ₅ larut dalam asam sitrat 2 %	%	Minimal 5
3	%	%	Maksimal 6
4	min. 34	%	Maksimal 5
	- P ₂ O ₅ larut dalam air		
	%		
	min. 30		
	Kadar belerang (sebagai S)		
	min.		
	5		
	Kadar asam bebas (sebagai H ₂ P ₀ ₄)		
	maks. 6		
	Kadar air		

Catatan: Semua persyaratan kecuali kadar air dihitung atas dasar bahan kering(adbk).

3. Pupuk diamonium fosfat

Definisi

Pupuk majemuk buatan, berbentuk butiran, sebagai sumber hara nitrogen dan fosfat dengan rumus kimia (NH₄)₂ HPO₄

Syarat mutu pupuk diamonium fosfat SNI 02-2858-2005

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar nitrogen	%	Minimal 18
2	Kadar fosfor (dihitung sebagai	%	Minimal 46
3	P ₂ O ₅)	%	Maksimal 2
4	Kadar air	%	Minimal 80
	Butiran lolos ayakan 5 US mesh,		
5	tidak I lolos ayakan 10 US mesh		
	Cemaran logam	ppm	Maksimal 100
	- Kadmium (Cd)	ppm	Maksimal 500

	- Timbal (Pb)	ppm	Maksimal 10
6	- Raksa Hg	ppm	Maksimal 100
	Cemaran arsen (As)		

Catatan: Semua persyaratan kecuali kadar air dan butiran dihitung atas dasar bahan kering (adbk)

4. Pupuk urea amonium fosfat

Definisi

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 66
3	P ₂ O ₅)	%	Maksimal 1
4	Kadar air	%	Minimal 90
	Butiran lolos ayakan 5 US mesh, tidak I lolos ayakan 10 US mesh		

CATATAN Semua persyaratan kecuali kadar air dan butiran dihitung atas dasar bahan kering (adbk).

5. Pupuk mono amonium fosfat

Definisi

Pupuk majemuk buatan berbentuk butiran, sebagai sumber hara nitrogen dan fosfor dengan rumus kimia (NH₄H₂PO₄)

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 ₂ O ₅)	%	Maksimal 1
4	Kadar air	%	Minimal 80
	Butiran lolos ayakan 5 US mesh, tidak I lolos ayakan 10 US mesh		

CATATAN Semua persyaratan kecuali air dan butiran dihitung atas dasar bahan kering

6. Pupuk kalium sulfat

Definisi

pupuk buatan berbentuk butiran atau serbuk dengan rumus kimia K_2SO_4 , digunakan sebagai sumber hara kalium dan belerang yang juga disebut sebagai pupuk ZK (*Zwavelzuur Kalium*)

Syarat mutu pupuk kalium sulfat SNI 02-2809-2005

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kalium sebagai kalium oksida	%	Minimal 50
2	K_2O	%	Minimal 17
3	Kadar belerang (S)	%	Maksimal 2,5
4	Asam bebas sebagai H_2SO_4	%	Maksimal 2,5
5	Klorida (Cl)	%	Maksimal 1
	Kadar air (H_2O)		

7. Pupuk kalium klorida

Definisi

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	%	Minimal 60
2	K_2O	%	Maksimal 1
	Kadar air (H_2O)		

Catatan: Persyaratan K_2O dihitung atas dasar bahan kering (adbk)

8. Pupuk tripel super fosfat plus-Zn

Definisi

Pupuk buatan berbentuk butiran (granular) yang komponen utamanya mengandung unsur hara fosfor berupa mono kalsium fosfat dengan rumus kimia $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ 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		
	- 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 Zn0	%	Minimal 0,2

Catatan: Semua persyaratan kecuali kadar air dihitung atas dasar bahan kering.

9. Pupuk amonium klorida

Definisi

Pupuk buatan berbentuk kristal dengan rumus kimia NH_4Cl , yang mengandung unsur hara nitrogen.

Syarat mutu pupuk amonium klorida SNI 02-2581-2005

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar nitrogen	%	Minimal 26
2	Kadar air	%	Maksimal 1
3	Asam bebas (sebagai HCl)	%	Maksimal 0,08

Catatan: Semua persyaratan kecuali kadar air, dihitung atas dasar bahan kering (adbk).

10. Pupuk amonium sulfat

Definisi

Pupuk buatan berbentuk kristal dengan rumus kimia $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 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_2SO_4)	%	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 buatan berbentuk butiran (*granular*) yang dibuat dari reaksi batuan fosfat dengan asam fosfat sehingga dihasilkan senyawa dengan komponen utama mono kalsium fosfat,



Syarat mutu pupuk tripel super fosfat SNI 02-0086-2005

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar unsur hara fosfor sebagai		
	- Total	%	Minimal 45
	- Larut dalam asam sitrat 2%	%	Minimal 40
	- Larut air	%	Minimal 36
2	Kadar asam bebas sebagai H_3PO_4	%	Maksimal 6
3	Kadar air (H_2O)	%	Maksimal 5
4	Cemaran logam		
	- Kadmium (Cd)	ppm	Maksimal 100
	- Timbal (Pb)	ppm	Maksimal 500

	- Raksa Hg	ppm	Maksimal 10
5	Cemaran arsen (As)	ppm	Maksimal 100

Catatan: Semua persyaratan kecuali kadar air dihitung atas dasar bahan kering (adbk).

12. Pupuk anorganik hara makro campuran cair

Definisi

Pupuk yang mengandung unsur-unsur mikro seperti tembaga, kobal, seng, mangan, molibden, dan boron sesuai fungsinya kandungan unsur ham primer seperti N, P, K tidak diutamakan, pupuk anorganik hara mikro campuran diproduksi dalam bentuk cair untuk menjamin homogenitasnya.

Syarat mutu pupuk anorganik campuran 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 yang mengandung hara utama N, P, dan K yang dilengkapi unsur-unsur mikro seperti tembaga, kobal, seng, mangan, molibden, dan boron
CATATAN Sesuai bahan baku yang digunakan pupuk anorganik: hara makro campuran terdiri atas pupuk berbentuk padat dan cair.

Syarat mutu pupuk anorganik hara makro campuran cair SNI 02-6681-2002

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Jumlah Kadar (Nitrogen total + P ₂ O ₅ total+ K ₂ O)	%	Minimal 11
2		%	Minimal 2
3	Nitrogen total	%	Minimal 2
4	P ₂ O ₅ total	%	Minimal 2
5	K ₂ O	ppm	2 - 3
6	Tembaga (Cu)	ppm	0,25 - 0,35
7	Kobal (Co)	ppm	18 - 22
8	Mangan (Mn)	ppm	3 - 5
9	Seng (Zn)	ppm	1 - 2
10	Molibden (Mo)	ppm	18 - 22
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)		

Tabel 2. Persyaratan mutu pupuk anorganik hara makro campuran padatan

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Jumlah Kadar (Nitrogen total + P ₂ O ₅ total+)	%	Minimum 30
2	K ₂ O)	%	Minimum 6
3	Nitrogen total	%	Minimum 6
4	P ₂ O ₅ total	%	Minimum 6
5	K ₂ 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 KNO₃ 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 K ₂ 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 gintiran 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 buatan yang merupakan pupuk tunggal, mengandung unsur hara utama nitrogen, berbentuk butiran (priln atau gelintiran (*granulir*) dengan rumus kimia $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$

Syarat mutu pupuk urea SNI 02-2801-1998

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Bentuk butiran		
	- Kadar nitrogen	%	minimal 46
	- Kadar air	%	maksimal 0,5
2	Bentuk gelintiran		
	- Kadar nitrogen	%	minimal 46
	- Kadar air	%	maksimal 0,5
	- Kadar biuret	%	maksimal 1
	- Kadar biuret	%	maksimal 2

18. Pupuk-pupuk superfosfat tunggal dan rangkap

Definisi

Pupuk buatan berbentuk padat yang dibuat dengan bahan dasar bantuan fosfat alam sehingga dihasilkan senyawa $\text{CaH}_4(\text{PO}_4)_z$

Syarat mutu pupuk superfosfat tunggal dan rangkap SNI 02-2857-1992

No.	Karakteristik	Superfosfat + tunggal	Superfosfat + rangkap
1	P_2O_5 tersedia	minimal 18%	36%
2	Asam bebas (dihitung sebagai H_3PO_4)	maksimal 4%	4%
3	Air	maksimal 4%	4%

19. Pupuk NPK padat

Definisi

Pupuk buatan berbentuk padat yang mengandung unsur hara nitrogen, fosfor dan kalium

Syarat mutu pupuk NPK padat SNI 02-2803-2000

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Nitrogen total	%	minimal 6
2	Fosfor larut asam sitrat 2 % sebagai P ₂ O ₅	%	minimal 6
3	Kalium sebagai K ₂ O	%	minimal 6
4	Jumlah kadar N, P ₂ O ₅ dan K ₂ O	%	minimal 30
5	Kadar air	%	maksimal 2

20. Pupuk mono amonium fosfat (MAP)

Definisi

Pupuk mono amonium fosfatkan (MAP) adalah pupuk majemuk buatan dengan rumus kimia NH₄ H₂ PO₄, merupakan sumber hara nitrogen dan fosfat.

Syarat mutu pupuk mono amonium fosfat SNI 02-2810-1992 /SII. 1685-85

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar air bebas	%	Maksimal 1,0
2	Kadar nitrogen	%	Minimal 11,0
3	Kadar fosfat (P ₂ O ₅)	%	Minimal 48,0
4	Besar butir Lolos ayakan mesh No. 6 Tidak lolos ayakan mesh No. 16	%	Minimal 80%

21. Dolomit

Definisi

Pupuk dolomit adalah bahan mineral yang berasal dari alam yang mengandung unsur hara kalsium dan magnesium dengan rumus kimia $\text{Ca Mg}(\text{CO}_3)_2$. Mineral ini selain digunakan langsung untuk pengapuran juga digunakan untuk bahan pembuatan pupuk pabrik seperti PMLT (pupuk majemuk lengkap tablet) dan NPK +.

Syarat mutu pupuk dolomit SNI 02 – 2804 – 1992

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar air	%	maksimal 5
2	Kadar Mg sbg MgO	%	minimal 18
3	Kadar Ca sbg CaO	%	minimal 30
4	Kadar $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ (R_2O_3)	%	maksimal 3
5	Kadar silikat sbg SiO_2	%	maksimal 3
6	Besar butir:		
	lolos ayakan mesh No. 40	%	100
	lolos ayakan mesh No. 60	%	50

22. Kaptan/kapur pertanian

Definisi

Kapur pertanian merupakan mineral berasal dari alam yang merupakan sumber hara kalsium selain itu kaptan yang mempunyai reaksi fisiologis basa dapat menaikkan pH tanah, kaptan yang umum banyak digunakan dalam pertanian adalah kalsit (CaCO_3)

Syarat mutu kapur pertanian SNI 13 – 4704 – 1995

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Penetapan ukuran butir		
	Lolos melalui saringan 40 mesh	%	100
	Lolos melalui saringan 100 mesh	%	50
2	Kadar air	%	maksimal 5
3	Kadar Ca dan Mg		
	$\text{CaCO}_3 + \text{MgCO}_3$	%	minimal 85
	$\text{CaO} + \text{MgO}$	%	minimal 47
4	Kadar Fe_2O_3 dan Al_2O_3 (R_2O_3)	%	maksimal 3
5	Setara CaCO_3	%	minimal 8
6	Kadar SiO_2	%	0 - 3

23. Pupuk Kiserit

Definisi

Pupuk kiserit merupakan mineral alam yang mengandung unsur hara magnesium dan sulfur, berbentuk padatan, warna putih keabu-abuan dengan rumus kimia $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Syarat mutu kiserit. SNI. 02 – 2807 – 1992

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar air bebas	%	maksimal 0,5
2	Kadar magnesium sbg 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 dengan komponen utama urea amonium fosfat, berbentuk butiran/gelintiran, digunakan sebagai sumber hara nitrogen dan fosfat

Syarat mutu pupuk urea amonium fosfat SNI 02 – 2811 – 1992

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar air	%	maksimal 1
2	Kadar nitrogen	%	minimal 20
3	Kadar fosfat sbg P ₂ O ₅	%	minimal 20
4	Besar butir :		
	lolos ayakan Tyler 4 mesh	%	100
	tidak lolos ayakan Tyler 16 mesh	%	minimal 90

25. Pupuk Guano

Definisi

Pupuk guano adalah pupuk yang berasal dari kotoran unggas (kelelawar, walet dsb), berbentuk serbuk kasar, butiran dengan atau tanpa penambahan unsur hara.

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	Fosfat sbg P ₂ O ₅	%	minimal 10
4	Kalium sbg K ₂ O	%	minimal
5	Khlorida sbg Cl	%	maksimal 0,5
6	Berbau khas		

26. Kompos dari sampah organik domestik

Definisi

Kompos dari sampah organik domestik merupakan bentuk akhir dari bahan-bahan organik sampah domestik setelah mengalami perubahan komposisi bahan organik sampah domestik akibat penguraian oleh mikroorganisme pada suhu tertentu menjadi senyawa organik yang lebih sederhana (dekomposisi).

Syarat mutu kompos dari sampah organik domestik SNI 19-7030-2004

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar air	%	50
2	Suhu	0C	suhu air tanah
3	Warna		kehitaman
4	Bau		berbau tanah
5	Ukuran partikel	mm	0,55 – 25
6	Kemampuan ikat air	%	58
7	pH		6,80 – 7,49
8	Bahan asing	%	1,5*
9	Bahan organik	%	27– 58
10	Nitrogen	%	0,40
11	Karbon	%	9,80 – 32
12	C/N rasio		0,10
13	Fosfor (P2O5)	%	10 – 20
14	Kalium (K2O)	%	0,20*
15	Arsen	mg kg ⁻¹	13*
16	Kadmium	mg kg ⁻¹	3*
17	Kobal	mg kg ⁻¹	34*
18	Kromium	mg kg ⁻¹	210*
19	Tembaga	mg kg ⁻¹	100*
20	Merkuri	mg kg ⁻¹	0.8*
21	Nikel	mg kg ⁻¹	62*
22	Timbal	mg kg ⁻¹	150*
23	Selenium	mg kg ⁻¹	2*
24	Seng	mg kg ⁻¹	500*
25	Kalsium	%	25,50*
26	Magnesium	%	0.60*
27	Besi	%	2,00*
28	Aluminium	%	2,20*
29	Mangan	%	0,10*
30	Bakteri Fecal coli	MPN g ⁻¹	1.000
31	Salmonella sp	MPN 4 g ⁻¹	3

Keterangan: * nilainya lebih besar dari minimum atau lebih kecil dari maksimum

27. Persyaratan Teknis minimal pupuk an-organik padat dan cair
SK Mentan no: 08/Permentan/SR.140/2/2007

1. Lingkup

Ruang lingkup persyaratan teknis minimal pupuk An-organik meliputi definisi, syarat mutu dan metode pengujian pupuk an-organik serta cara pengambilan contoh

2. Definisi

Persyaratan teknis minimal pupuk an-organik merupakan 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 nya.

3. Persyaratan Mutu

Penetapan syarat mutu pupuk dikelompokkan dalam pupuk hara makro, pupuk hara mikro dan pupuk hara campuran yang mengandung hara makro dan mikro baik padat maupun cair. Kandungan hara dalam pupuk an-organik terdiri atas unsur hara utama nitrogen, fosfat, kalium. Hara sekunder sulfur, kalsium, magnesium dan atau unsur hara mikro seperti tembaga, seng, mangan, molibden, boron, dan kobal.

4. Ketentuan Logam berat dalam pupuk an-organik

Semua jenis pupuk tidak diperbolehkan mengandung logam berat yang dapat membahayakan kesehatan dan keamanan lingkungan. Batas toleransi maksimal kandungan logam berat sebagai bahan ikutan dalam pupuk An-organik masing masing sebagai berikut:

As	= 100 ppm
Hg	= 10 ppm
Cd	= 100 ppm
Pb	= 500 ppm

5. Metode Uji Mutu Pupuk An-organik

Metode uji mutu pupuk An-organik sesuai tabel Permentan.

6. Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh pupuk an-organik bentuk padat mengacu SNI nomor 19-0428-1989 dan pupuk bentuk cair mengacu pada SNI 19-0429-1989.

Persyaratan teknis minimal pupuk an-organik pupuk hara makro

Jenis Hara	Pupuk hara makro padat		Pupuk hara makro cair	
	Tunggal	Majemuk	Tunggal	Majemuk
Nitrogen (total)	Sesuai SNI	Total N, P ₂ O ₅	Minimal 20%	Total N, P ₂ O ₅
Fosfor (P ₂ O ₅)	Sesuai SNI	dan K ₂ O	Minimal 8%	dan K ₂ O
Kalium (K ₂ O)	Sesuai SNI	Minimal 30%	Minimal 15%	Minimal 10%
Seng (Zn)	-	Maksimal 0,50%	-	Maksimal 0,25%
Boron (B)	-	Maksimal 0,25%	-	Maksimal 0,125%
Tembaga (Cu)	-	Maksimal 0,50%	-	Maksimal 0,25%
Mangan (Mn)	-	Maksimal 0,50%	-	Maksimal 0,25%
Molibden (Mo)	-	Maksimal 0,001%	-	Maksimal 0,001%
Kobal (Co)	-	Maksimal 0,002%	-	Maksimal 0,0005%
Biuret	-	Maksimal 1%	Maksimal 1%	Maksimal 1%

Persyaratan teknis minimal pupuk an-organik pupuk hara mikro

Jenis Hara	Pupuk hara mikro padat		Pupuk hara mikro cair	
	Tunggal	Majemuk	Tunggal	Majemuk
Nitrogen (total)	-	-	-	-
Fosfor (P ₂ O ₅)	-	-	-	-
Kalium (K ₂ O)	-	-	-	-
Seng (Zn)	Sesuai SNI	Maksimal 0,50%	-	Maksimal 0,25%
Boron (B)	Sesuai SNI	Maksimal 0,25%	-	Maksimal 0,125%
Tembaga (Cu)	Sesuai SNI	Maksimal 0,50%	-	Maksimal 0,25%
Mangan (Mn)	Sesuai SNI	Maksimal 0,50%	-	Maksimal 0,25%
Molibden (Mo)	Sesuai SNI	Maksimal 0,001%	-	Maksimal 0,001%
Kobal (Co)	-	Maksimal 0,002%	-	Maksimal 0,0005%
Biuret	-	-	-	-
Arsen (As)	-	Maksimal 100 ppm	-	Maksimal 100 ppm
Merkuri (Hg)	-	Maksimal 10 ppm	-	Maksimal 10 ppm
Kadmium (Cd)	-	Maksimal 100 ppm	-	Maksimal 100 ppm
Timbal (Pb)	-	Maksimal 500 ppm	-	Maksimal 500 ppm

Keterangan:

- Jumlah unsur makro dan unsur mikro dalam pupuk majemuk masing-masing minimal dua unsure
- Jumlah kandungan pupuk hara makro majemuk padat minimal 30% dengan masing masing kandungan unsure minimal 6%
- Jumlah kandungan pupuk hara makro majemuk cair minimal 10% dengan masing masing kandungan unsure minimal 2%
- Untuk pupuk fosfat alam yang dilarutkan dalam asam kuat (Partially Acidulated Rock phosfat = PARP) kadar P₂O₅ larut asam sitrat harus > 10%
- Unsur mikro dalam pupuk hara makro dianggap sebagai unsur ikutan
- Untuk pupuk hara campuran, kadar unsur makro syarat mutunya mengikuti syarat mutu pupuk hara makro dan kadar unsur mikro mengikuti syarat mutu pupuk hara mikro
- Pupuk yang berasal dari senyawa kimia teknis yang mengandung air hidrat, kadar airnya disesuaikan dengan senyawanya.

**28. Persyaratan Teknis minimal organik dan pembenah tanah
SK Mentan no: 28/Permentan/SR.130/B/2009**

Definisi

Persyaratan teknis minimal pupuk organik dan pembenah tanah adalah persyaratan teknis minimal yang ditetapkan oleh Menteri Pertanian.

Persyaratan teknis minimal pupuk organik

No.	Parameter	Satuan	Persyaratan				
			Granul/Pelet		Cair/ Pasta	Remah/Curah	
			Murni	Diperkaya		Murni	Diperkaya
1.	C-organik	%	>12	>12	>4	>12	>12
2.	C/N rasio		15-25	15-25		15-25	15-25
3.	Bahan ikutan	%	<2	<2	<2	<2	<2
4.	Kadar air	%	4-15	10-20		15-25	15-25
5.	Logam berat						
	As	ppm	<10	<10	<2,5	<10	<10
	Hg	ppm	<1	<1	<0,25	<1	<1
	Pb	ppm	<50	<50	<12,5	<50	<50
	Cd	ppm	<10	<10	<2,5	<10	<10
6.	pH		4-8	4-8	4-8	4-8	4-8
7.	Total						
	N	%	<6***	<6***	<2	<6***	<6***
	P ₂ O ₅	%	<6**	<6**	<2	<6**	<6**
	K ₂ O	%	<6**	<6**	<2	<6**	<6**
8.	Mikroba kontaminan	cfu/g cfu/ml	< 10 ²	< 10 ²	< 10 ²	< 10 ²	< 10 ²
9.	Mikroba fungsional	cfu/g cfu/ml	-	>10 ³			1.
10.	Ukuran butir	mm	2-5 min 80%	2-5 min 80%			
11.	Unsur mikro						
	Fe	ppm	0-8000	0-8000	0-800	0-8000	0-8000
	Mn	ppm	0-5000	0-5000	0-1000	0-5000	0-5000
	Cu	ppm	0-5000	0-5000	0-1000	0-5000	0-5000
	Zn	ppm	0-5000	0-5000	0-1000	0-5000	0-5000
	B	ppm	0-2500	0-2500	0-500	0-2500	0-2500
	Co	ppm	0-20	0-20	0-5	0-20	0-20
	Mo	ppm	0-10	0-10	0-1	0-10	0-10

Keterangan:

- *) Kadar air berdasarkan bobot asal
- ***) Bahan bahan tertentu yang berasal dari bahan organik alami diperbolehkan mengandung kadar P₂O₅ dan K₂O > 6% (dibuktikan dengan hasil laboratorium)
- ***) N-total= N-organik+N-NH₄+N-NO₃
N kjeldahl = N-organik + N-NH₄ ; C/N N=N-total

Persyaratan Teknis Minimal Pembenah Tanah Organik

No.	Kriteria	Satuan	Persyaratan		
			Granul	Cair	Remah
1.	C-organik	%	>7,0	>3,0	>7,0
2.	Kadar air	%	7-15	-	7-15
3.	pH		4-8	4-8	4-8
4.	C/N rasio		8-15	-	8-15
	Bahan ikutan	%	<2	<2	<2
5.	Logam berat				
	As	ppm	<10	<2,5	<10
	Hg	ppm	<1	<0,25	<1
	Pb	ppm	<50	<12,5	<50
	Cd	ppm	<10	<2,5	<10
6.	Kontaminan E. coli	cfu/g;cfu/ml	<10 ²	<10 ²	<10 ²
	Salmonela sp.	cfu/g;cfu/ml	<10 ²	<10 ²	<10 ²

Persyaratan Teknis Minimal Pembenah Tanah Non-organik

No.	Kriteria	Satuan	Persyaratan	
			Granul	Cair
1.	Bahan aktif (sintetis)*	%	Dicantumkan	Dicantumkan
2.	Kadar Air	%	2-10	-
3.	KTK zeolit**	cmol(+)/kg	SNI***	-
4.	pH		4-8	4-8
5.	Logam berat			
	As	ppm	< 10	< 2,5
	Hg	ppm	< 1	< 0,25
	Pb	ppm	< 50	< 12,5
	Cd	ppm	< 10	< 2,5

Keterangan

*Khusus untuk bahan yang direkayasa kimia

** Pengukuran KTK Zeolit sesuai SNI No. 13 -3494 – 1994

***Syarat mutu Zeolit mengacu pada SNI Nomor 13-7168-2006