

PETUNJUK TEKNIS

ANALISIS KIMIA TANAH, TANAMAN,
AIR, DAN PUPUK



Balai Penelitian Tanah
Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian
Departemen Pertanian



2005

Petunjuk Teknis

ANALISIS KIMIA TANAH, TANAMAN, AIR, DAN PUPUK

PENANGGUNGJAWAB

Dr. Fahmuddin Agus

PENYUSUN

Sulaeman

Suparto

Eviati

PENYUNTING

B.H. Prasetyo (Ketua)

Djoko Santoso (Anggota)

Ladiyani Retno Widowati (Anggota)

PENYUNTING PELAKSANA

Sri Erita Aprillani

Farida Manalu

TATA LETAK

Didi Supardi

FOTO SAMPUL

Nuraini

DITERBITKAN OLEH :

BALAI PENELITIAN TANAH

Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian

Departemen Pertanian

Jl. Ir. H. Juanda 98 Bogor 16123

Telp. (0251) 336757, Fax (0251) 321608

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

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

ISBN

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 pertanian. Laboratorium kimia tanah merupakan bagian dari laboratorium tanah, Balai Penelitian Tanah selain laboratorium biologi, laboratorium penelitian, laboratorium fisika, dan laboratorium mineral. Laboratorium tanah telah terakreditasi oleh Komite Akreditasi Nasional, Badan Standardisasi Nasional sebagai laboratorium pengujian mulai tahun 2004 di bawah No. LP-192-IDN.

Analisis tanah memberikan data sifat fisika dan kimia serta status unsur hara di dalam 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 perdagangan.

Terbitnya buku ini diharapkan dapat membantu laboratorium-laboratorium tanah, peneliti, mahasiswa dan pihak-pihak lain yang berkepentingan di dalam memenuhi kebutuhan metode analisis yang handal dalam melaksanakan tugasnya, sehingga dapat menghasilkan data hasil analisis yang benar.

Bogor, Oktober 2005

Balai Penelitian Tanah
Kepala,

Dr. Fahmuddin Agus
NIP.080.079.624

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI	ii
DAFTAR LAMPIRAN	iv
PENDAHULUAN.....	v
I. Analisis Tanah	
1. Persiapan contoh di laboratorium	1
2. Penetapan kadar air kering mutlak	1
3. Penetapan daya hantar listrik	2
4. Penetapan pH tanah	3
5. Penetapan kebutuhan kapur	4
6. Penetapan kemasaman dapat ditukar	5
7. Penetapan tekstur	7
7.1 Penetapan tekstur cara pipet	7
7.2 Penetapan tekstur cara hidrometer	9
8. Penetapan P dan K ekstrak HCl 25%	11
9. Penetapan P tersedia metode Olsen	13
10. Penetapan P tersedia metode Bray	14
11. Penetapan erapan P	15
12. Penetapan retensi P	18
13. Penetapan susunan kation, kapasitas tukar kation dan kejenuhan basa	19
14. Penetapan ketersediaan Fe, Mn, Cu dan Zn ekstrak DTPA	24
15. Penetapan C-organik.....	25
16. Penetapan N total	27
17. Penetapan unsur hara makro dan mikro ekstrak Morgan Wolf	30
18. Penetapan total unsur hara makro dan mikro.....	35
19. Penetapan total unsur hara logam berat	40
II. Analisis Jaringan Tanaman	
1. Persiapan contoh	43
2. Penetapan kadar air	43
3. Penetapan total N cara pengabuan basah dengan H ₂ SO ₄ dan Selen	44
4. Penetapan total unsur hara makro, mikro cara pengabuan basah dengan HNO ₃ dan HClO ₄	47
5. Penetapan total unsur hara makro, mikro cara pengabuan basah dengan H ₂ SO ₄ dan H ₂ O ₂	52
6. Penetapan total unsur hara logam berat cara pengabuan basah dengan HNO ₃ dan HClO ₄	56
III. Analisis Air Irigasi	
1. Persiapan contoh	59
2. Penetapan kadar lumpur.....	59
3. Penetapan daya hantar listrik	60
4. Penetapan pH	60

5. Penetapan K, Na, Ca, dan Mg	61
6. Penetapan Fe, Mn, Al, Cu dan Zn	63
7. Penetapan ammonium.....	64
8. Penetapan fosfat	66
9. Penetapan karbonat dan bikarbonat	67
10. Penetapan klorida	68
11. Penetapan sulfat	69
12. Penetapan nitrat	70
13. Penetapan boron	71

IV. Analisis pupuk

A. Analisis Pupuk anorganik	
1. Persiapan contoh	74
2. Penetapan kadar air	
2.1 Karl Fischer.....	74
2.2 kering 105 ⁰ C	75
3. Penetapan nitrogen	
3.1 Penetapan N-urea (N-organik).....	76
3.2 Penetapan N-NH ₄ dan N-NO ₃	77
3.3 Penetapan N - urea	79
4. Penetapan Biuret	81
5. Penetapan P dan K total	82
6. Penetapan P dan K larut asam sitrat 2%	85
7. Penetapan P dan K larut dalam air	87
8. Penetapan total Fe, Al, Ca dan Mg	89
9. Penetapan besar butiran/ kehalusan	91
10. Penetapan asam bebas	91
11. Penetapan belerang	92
12. Penetapan silikat	94
13. Penetapan setara CaCO ₃	95
14. Penetapan kadar klorida	96
B. Analisis pupuk organik	
1. Persiapan contoh dan kadar bahan ikutan.....	97
2. Penetapan air	98
3. Penetapan pH	99
4. Penetapan kadar abu	100
5. Penetapan N total	100
6. Penetapan C organik	102
7. Penetapan total P, K, Na, Ca, Mg, S, Fe, Al, Mn, Cu, Zn, B	103
8. Penetapan total unsur logam berat	106
9. Penetapan total logam berat Hg dan As	108
10. Penetapan KTK	110
DAFTAR BACAAN	112

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Kondisi alat untuk pengukuran unsur-unsur	114
Lampiran 2. Pedoman penyajian laporan hasil analisis	115
Lampiran 3. Kriteria sifat kimia tanah.....	117
Lampiran 4. Segitiga tekstur	118
Lampiran 5. Definisi dan syarat-syarat mutu beberapa pupuk yang penting	119

PENDAHULUAN

Latar belakang

Seiring dengan kemajuan sistem pertanian di negara kita, maka berkembang pula laboratorium-laboratorium tanah di daerah-daerah sebagai pendukungnya. Pengoperasian laboratorium-laboratorium ini memerlukan prosedur analisis yang handal. Balai Penelitian Tanah (Balittanah) ketika bernama Lembaga Penelitian Tanah (LPT) telah menerbitkan buku-buku prosedur analisis, yaitu Penuntun Analisa Tanah (Sudjadi *et al.*, 1971), Metoda 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, LPT. 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.

Tulisan ini merupakan petunjuk teknis (juknis) untuk melaksanakan analisis tanah, tanaman, air dan pupuk yang digunakan di laboratorium kimia, Balittanah, pada saat ini. 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.

Berbeda dengan prosedur analisis yang sudah diterbitkan terdahulu, ini merangkum prosedur analisis rutin untuk tanah, tanaman dan air irigasi ditambah dengan prosedur analisis pupuk dalam satu buku. Pengambilan contoh tidak dimasukkan dalam buku ini. Prosedur analisis tanah dalam juknis ini memberikan metode analisis yang biasa digunakan sekarang. Analisis liat total ditiadakan karena sudah sangat jarang diminta. Beberapa jenis analisis baru ditambahkan, yaitu penetapan retensi P, erapan P, analisis total untuk pengukuran unsur hara makro dan mikro, serta logam berat. Penetapan tekstur tiga fraksi cara Pipet ditambah dengan cara hidrometer sebagai alternatif. Penetapan tekstur cara hidrometer merupakan cara yang sederhana dengan alat sederhana, sehingga dapat dilakukan di laboratorium dengan fasilitas terbatas. Prosedur analisis tanaman dalam juknis mengambil metode-metode yang berdasarkan pengalaman lebih baik. Campuran HClO_4 dengan HNO_3 digunakan untuk penetapan unsur hara makro dan mikro secara total. Khusus untuk penetapan nitrogen digunakan metode destruksi H_2SO_4 dengan campuran selen sebagai katalisator. Semua unsur logam dalam ekstrak yang dihasilkan diukur dengan alat spektrofotometer serapan atom (SSA) dan fotometer nyala. Dalam buku terbitan terdahulu disajikan juga cara alternatif pengukuran unsur logam secara kolorimetri. Seperti pengukuran unsur logam dalam analisis tanaman, juknis ini hanya memberikan cara SSA dan fotometer nyala, buku terbitan yang lalu memberikan metode kolometri sebagai alternatif. Hal-hal lain pada umumnya masih serupa. Analisis pupuk disesuaikan dengan prosedur dalam SNI (standar nasional indonesia) bagi pupuk yang sudah memiliki SNI. Sisanya mengacu ke pustaka-pustaka yang tersedia.

Pengawasan mutu

Sumber kesalahan analisis yang mungkin terjadi di laboratorium antara lain:

- a. Bahan kimia yang tidak murni atau telah mengalami kontaminasi
- b. Pelaksana analisis yang kurang teliti mengikuti cara kerja analisis
- c. Kerusakan alat pengukuran
- d. Kontaminasi dari peralatan gelas yang kurang bersih
- e. Prosedur analisis yang tidak valid
- f. Kesalahan perhitungan

Kesalahan karena bahan kimia yang tidak murni dapat dihindarkan dengan mengoreksi hasil penetapan contoh dengan hasil penetapan blanko. Penetapan blanko yaitu 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 $< 5 \mu\text{S cm}^{-1}$.

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 standard*). 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 bertutup 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 (Clesceri *et al.*, 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 $>$ atau $<$ 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 kotaminan lainnya.

Prosedur analisis yang digunakan dipilih yang valid. Validasi prosedur dapat dilakukan 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 seperti dapat dilihat pada Tabel 1 (Wood *et al.*, 1998). Uji perolehan kembali dilakukan melalui analisis contoh dengan *spiking* (penambahan contoh dengan analit yang diketahui jumlahnya). Analit yang ditambahkan biasanya sekitar 50 hingga 100 % dari kadar analit dalam contoh. Nilai perolehan kembali (%) dapat dihitung dari $\{(\text{konsentrasi contoh spike} - \text{contoh asal}) / \text{konsentrasi spike} \} \times 100 \%$. Metode yang baik memberikan nilai perolehan kembali sekitar 90-110 % hingga 95-105 %.

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

Konsentrasi analit	Simpangan baku relatif
	% *
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 µg 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, tanaman dan pupuk disajikan atas dasar contoh kering 105 °C, 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 (kecuali pH, ukuran partikel dan kadar air biasa disajikan terhadap contoh asal). Namun demikian atas permintaan pelanggan hasil analisis dapat disajikan berdasarkan contoh asal atau berdasarkan contoh kering 105°C.

Akhirnya untuk menjaga agar mutu data yang dihasilkan laboratorium selalu baik dan setiap kesalahan dapat segera terdeteksi, selain cara-cara tersebut di atas laboratorium perlu membandingkan data yang dihasilkannya dengan data laboratorium lain. Laboratorium kimia Balittanah 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 Balittanah juga mengkoordinasikan program uji silang analisis tanah dan tanaman secara nasional yang pada saat ini beranggotakan 53 laboratorium tanah yang tersebar di seluruh Indonesia.

DAFTAR ACUAN

- Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (Eds.). 1998. Standard Methods for The Eximination of Water & Wastewater. 20 th edition, APHA AWWA WEF, Maryland, USA.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71.
- Sudjadi, M., I.M. Widjik S., dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.
- Sudjadi, M. dan I.M Widjik. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi, Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.
- Wood, R., A. Nilson, and H. Wallin. 1998. Quality in the food analysis laboratory. The royal society of chemistry. Thomas Graham House, Science Park, Cambridge, UK.

ANALISIS TANAH

Persiapan contoh di laboratorium

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.

Pengeringan

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

Penumbukan/pengayakan

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

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

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

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.

Penetapan kadar air kering mutlak

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.

Peralatan

- ◆ Piringan aluminium
- ◆ Penjepit tahan karat
- ◆ Oven
- ◆ Eksikator
- ◆ Neraca analitik ketelitian 3 desimal

Cara kerja

Timbang 5,000 g contoh tanah kering udara dalam piringan aluminium yang telah diketahui bobotnya. Keringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 3 jam. Angkat piringan dengan penjepit dan masukkan ke dalam eksikator. Setelah contoh dingin kemudian timbang. Bobot yang hilang adalah bobot air.

Perhitungan

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

Faktor koreksi kadar air (fk) = 100 / (100 – kadar air)

DAFTAR ACUAN

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

Penetapan daya hantar listrik

Dasar penetapan

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

Peralatan

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

Pereaksi

- ◆ Air bebas ion yang bebas CO₂
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat semua pereaksi penetapan DHL.
- ◆ Larutan baku NaCl 0,010 M atau KCl 0,010 M. Larutan ini memiliki daya hantar listrik sebesar 1.413 μS 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 1 l.

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 suspensi tanah dengan konduktometer yang telah dikalibrasi menggunakan larutan baku NaCl dan baca setelah angka mantap. Setiap akan melakukan kalibrasi dan mengukur contoh elektrode dicuci dan dikeringkan dengan tisu. Nilai DHL dilaporkan dalam satuan dS m^{-1} menggunakan 3 desimal.

Catatan:

- Prosedur di atas menggunakan rasio 1:5
- Rasio dapat berubah sesuai jenis contoh dan permintaan
- $1 \text{ dS m}^{-1} = 1 \text{ mS cm}^{-1} = 1 \text{ mmhos cm}^{-1} = 1000 \text{ }\mu\text{S cm}^{-1} = 1000 \text{ }\mu\text{mhos cm}^{-1}$

DAFTAR ACUAN

- 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.
- van Reeuwijk, L.P. 1993. Procedures for Soil Analysis. 4th ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands.

Penetapan pH tanah

Dasar penetapan

Nilai pH menunjukkan konsentrasi ion H^+ dalam larutan tanah, yang dinyatakan sebagai $-\log[\text{H}^+]$. 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 N menyatakan kemasaman cadangan (potensial).

Peralatan

- ◆ Neraca analitik
- ◆ Botol kocok 100 ml
- ◆ Dispenser 50 ml gelas ukur⁻¹
- ◆ Mesin pengocok
- ◆ Labu semprot 500 ml
- ◆ pH meter

Pereaksi

- ◆ Air bebas ion
- ◆ 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.

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 *buffer* pH 7,0 dan pH 4,0. Laporkan nilai pH dalam 1 desimal.

Catatan:

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

DAFTAR ACUAN

- 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.
- van Reeuwijk, L.P. 1993. Procedures for Soil Analysis. 4th ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands.

Penetapan kebutuhan kapur

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 CaCO₃ ha⁻¹.

Peralatan

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

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

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.

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:

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

Keterangan:

50 = bst CaCO₃

10⁻⁸ = konversi mg ke kuintal CaCO₃

1,5 x 10⁸ = konversi g contoh ke ha

Faktor koreksi kadar air (fk) = 100 / (100 - % kadar Air)

Catatan:

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

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.
- Jones Jr., J.B. 1984. Laboratory guide of exercises in conducting soil tests and plant analysis. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia.
- Page, A.L., R.H. Miller and D.R. Keeney (*Eds.*). 1982. Methods of Soil Analysis, Part 2- Chemical and microbiological properties, 2nd Edition. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.

Penetapan kemasaman dapat ditukar

Dasar penetapan

Kemasaman dapat ditukar terdiri atas Al³⁺ dan H⁺ pada koloid tanah. Al³⁺ dan H⁺ ini dapat ditukar oleh K⁺ dari pengestrak KCl 1 M. 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.

Peralatan

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

Pereaksi

- ◆ KCl 1M
Timbang 74,6 g KCl, dilarutkan dengan air bebas ion dalam labu ukur 1 liter, kemudian diimpitkan.
- ◆ Penunjuk phenolphtalin (pp) 0,1%
Larutkan 100 mg phenolphtalin dalam 100 ml etanol 96%.
- ◆ NaF 4%
Larutkan 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.
- ◆ Larutan baku HCl 0,020 N
Pipet 20 ml HCl 1N (Titrisol), diencerkan dan diimpitkan dengan air bebas ion dalam labu ukur 1 l.

Cara kerja

Timbang 5,00 g tanah <2 mm ke dalam botol kocok 100 ml, ditambah 50 ml KCl 1N. 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 NaOH baku sampai warna merah jambu (T1). Tambahkan sedikit larutan penitar HCl agar warna merah jambu tepat hilang. Tambah 2 ml NaF 4% (warna ekstrak akan merah kembali). Kemudian dititar dengan HCl baku sampai warna merah tepat hilang. Kerjakan analisis blanko.

Perhitungan

Kemasaman dapat ditukar (dd)

$$\text{Al-dd dan H-dd (m.e } 100 \text{ g}^{-1}) = \frac{(T1 - T_{b1}) \times N \text{ NaOH} \times 50/10 \times 100/5 \times \text{fk}}{(T1 - T_{b1}) \times N \text{ NaOH} \times 100 \times \text{fk}}$$

Al-dd

$$\text{Al-dd (m.e } 100 \text{ g}^{-1}) = \frac{(T2 - T_{b2}) \times N \text{ HCl} \times 50/10 \times 100/5 \times \text{fk}}{(T2 - T_{b2}) \times N \text{ HCl} \times 100 \times \text{fk}}$$

H-dd

$$\text{H-dd (m.e. } 100 \text{ g}^{-1}) = \text{kemasaman-dd} - \text{Al-dd}$$

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
- 100/5 = konversi dari 5 g ke 100 g contoh
- Faktor koreksi kadar air (fk) = $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

DAFTAR ACUAN

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

Penetapan tekstur

Penetapan tekstur cara Pipet

Dasar penetapan

Bahan organik dioksidasi dengan H₂O₂ 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.

Peralatan

- ◆ Piala gelas 800 ml
- ◆ Penyaring Berkefeld
- ◆ Ayakan 50 mikron
- ◆ Gelas ukur 500 ml
- ◆ Pipet 20 ml
- ◆ Piring aluminium
- ◆ Dispenser 50 ml
- ◆ Gelas ukur 200 ml
- ◆ *Stop watch*
- ◆ Oven berkipas
- ◆ Pemanas listrik
- ◆ Neraca analitik ketelitian 4 desimal

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

Cara kerja

Timbang 10,00 g contoh tanah <2 mm, masukan 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 Berkefield atau dienap-tuangkan sampai bebas asam, kemudian ditambah 10 ml larutan peptisator $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 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 kedalaman 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. 25 adalah faktor yang dikonversikan dalam 500 ml dari pemipetan 20 ml.

Perhitungan

fraksi pasir = A g

fraksi debu = 25 (B - C) g

fraksi liat = 25 (C - 0,0095) g

Jumlah fraksi = A + 25 (B - 0,0095) g

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

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

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

Keterangan

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

DAFTAR ACUAN

Sudjadi, M., I.M. Widjik S. dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.

Penetapan tekstur cara Hidrometer

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 $g\ l^{-1}$.

Peralatan

- ◆ Neraca analitik
- ◆ 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*.

Pereaksi

Larutan pendispersi natrium pirofosfat 4%

- Larutkan 40,00 g $Na_4P_2O_7 \cdot 10\ H_2O$ dengan air bebas ion dan diimpitkan hingga 1 l.

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.

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 :

$$\text{Tanah kering } 105^{\circ}\text{C} = 25 (\text{fk g})^{-1}$$

$$\text{Bahan organik} = 25C \text{ } 100 \text{ g}^{-1}$$

$$\text{Pasir + Debu + Liat} = (25 \text{fk}^{-1}) - (25C \text{ } 100) \text{ g}^{-1}$$

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

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

$$\text{Pasir} = (25 \text{Fk}^{-1}) - (25C \text{ } 100^{-1}) - (A - a) \text{ g}$$

Dengan demikian:

$$\text{Pasir (\%)} = \left[\frac{(25 \text{fk}^{-1}) - (25C \text{ } 100^{-1}) - (A - a)/2 \text{ g}}{(25 \text{fk}^{-1}) - (25C \text{ } 100^{-1}) \text{ g}} \right] \times 100$$

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

$$\text{Liat (\%)} = \left[\frac{(B - b) \text{ g}}{(25 \text{Fk}^{-1}) - (25C \text{ } 100^{-1}) \text{ g}} \right] \times 100$$

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.

Penetapan P dan K ekstrak HCl 25%

Dasar penetapan

Fosfor dalam bentuk cadangan ditetapkan dengan menggunakan pengestrak HCl 25%. Pengestrak ini akan melarutkan bentuk-bentuk senyawa fosfat dan kalium mendekati kadar P dan K-total. Ion fosfat dalam ekstrak akan bereaksi dengan ammonium molibdat dalam suasana asam membentuk asam fosfomolibdat. Selanjutnya akan bereaksi dengan asam askorbat menghasilkan larutan biru molibdat. Intensitas warna larutan dapat diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 693 nm, sedangkan kalium diukur dengan flamefotometer.

Peralatan

- ◆ Neraca analitik
- ◆ 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
- ◆ Flamefotometer

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 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, 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 1000 ml. Impitkan dengan air bebas bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- ◆ Standar 200 ppm K
Pipet 50 ml dari standar induk 1000 ppm K ke dalam labu ukur 250 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- ◆ Deret standar PO₄ (0; 4; 8; 16; 24; 32 dan 40 ppm)
Pipet berturut turut 0; 2; 4; 8; 12; 16 dan 20 ml standar 200 ppm PO₄ 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.

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 20x) 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 693 nm.

Untuk kalium, ekstrak contoh encer dan deret standar K diukur langsung dengan alat flamefotometer.

Perhitungan

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar P potensial mg P}_2\text{O}_5 (100 \text{ g})^{-1} &= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak}/1.000 \text{ ml}) \times (100 \text{ g/g contoh}) \times \text{fp} \times (142/90) \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 10/1.000 \times 100/2 \times 20 \times 142/90 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 10 \times 142/190 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

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

Keterangan:

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

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

fp = faktor pengenceran (20)

142/190 = faktor konversi bentuk PO₄ menjadi P₂O₅

94/78 = faktor konversi bentuk K menjadi K₂O

DAFTAR ACUAN

Sudjadi, M., I.M. Widjik S. dan M. Soleh. 1971. Penuntun Analisa Tanah. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.

Penetapan P-tersedia metode Olsen

Dasar penetapan

Fosfat dalam suasana netral/alkalin, dalam tanah akan terikat sebagai Ca, Mg-PO₄. Pengekstrak NaHCO₃ akan mengendapkan Ca, Mg-CO₃ sehingga PO₄³⁻ dibebaskan ke dalam larutan. Pengekstrak ini juga dapat digunakan untuk tanah masam. Fosfat pada tanah masam terikat sebagai Fe, Al-fosfat. Penambahan pengekstrak NaHCO₃ pH 8,5 menyebabkan terbentuknya Fe, Al-hidroksida, sehingga fosfat dibebaskan. Pengekstrak ini biasanya digunakan untuk tanah ber-pH >5,5.

Peralatan

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

Pereaksi

- ◆ Pengekstrak NaHCO₃ 0,5 M, pH 8,5
Larutkan 42,0 g NaHCO₃ dengan air bebas ion menjadi 1 l, pH larutan ditetapkan menjadi 8,5 dengan penambahan NaOH.
- ◆ Pereaksi P pekat
Larutkan 12 g (NH₄)₆ Mo₇O₂₄·4H₂O dengan 100 ml air bebas ion dalam labu ukur 1 l. Tambahkan 0,277 g K (SbO)C₄H₄O₆ 0,5 H₂O dan secara perlahan 140 ml H₂SO₄ 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 H₂SO₄ 4N, kemudian dijadikan 1 l dengan air bebas ion. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- ◆ Standar induk 1.000 ppm PO₄ (Titrisol)
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk PO₄ Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1 liter. 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.

Cara kerja

Timbang 1,000 g contoh tanah <2 mm, dimasukkan ke dalam botol kocok, ditambah 20 ml pengekstrak Olsen, kemudian dikocok selama 30 menit. Saring 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 693 nm.

Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar } P_2O_5 \text{ tersedia (ppm)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} / 1.000 \text{ ml} \times 1.000 \text{ g/g contoh} \times \text{fp} \times 142/90 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 20/1.000 \times 1.000/1 \times 142/90 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 20 \times 142/90 \times \text{fk} \end{aligned}$$

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

- 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 chemicals methods. Australian soil and land survey handbook. Inkata Press, Melbourne, Sydney.
- van Reeuwijk, L.P. 1993. Procedures for Soil Analysis. 4th ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands.
- 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.

Penetapan P tersedia metode Bray

Dasar penetapan

Fosfat dalam suasana asam akan diikat sebagai senyawa Fe, Al-fosfat yang sukar larut. NH_4F yang terkandung dalam pengeksrak Bray akan membentuk senyawa rangkai dengan Fe & Al dan membebaskan ion PO_4^{3-} . Pengeksrak ini biasanya digunakan pada tanah dengan pH <5,5.

Peralatan

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

Pereaksi

- ◆ HCl 5 N
Sebanyak 416 ml HCl p.a. pekat (37 %) dimasukkan dalam labu ukur 1.000 ml yang telah berisi sekitar 400 ml air bebas ion, kocok dan biarkan menjadi dingin. Tambahkan lagi air bebas ion hingga 1.000 ml.
- ◆ Pengekstrak Bray dan Kurts I (larutan 0,025 N HCl + NH₄F 0,03 N)
Timbang 1,11 g hablur NH₄F, dilarutkan dengan lebih kurang 600 ml air bebas ion, ditambahkan 5 ml HCl 5 N, kemudian diencerkan sampai 1 l.
- ◆ Pereaksi P pekat
Larutkan 12 g (NH₄)₆ Mo₇O₂₄.4H₂O dengan 100 ml air bebas ion dalam labu ukur 1 liter. Tambahkan 0,277 g K (SbO)C₄H₄O₆ 0,5 H₂O dan secara perlahan 140 ml H₂SO₄ 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 liter dengan air bebas ion. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- ◆ Standar induk 1.000 ppm PO₄ (Titrisol)
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk PO₄ 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.

Cara kerja

Timbang 2,500 g contoh tanah <2 mm, ditambah pengekstrak Bray dan Kurt I sebanyak 25 ml, kemudian dikocok selama 5 menit. Saring 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 693 nm.

Perhitungan

Kadar P₂O₅ tersedia (ppm)

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

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 PO₄ menjadi P₂O₅

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

DAFTAR ACUAN

- Bray, R.H. and L.T. Kurtz. 1945. Determination of total organik and available forms of phosphorus in soils. *Soil Sci.* 59: 39 - 45.
- Burt, R. (*Ed.*). 2004. *Soil Survey Laboratory Methods Manual*, Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4.0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.
- 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.
- van Reeuwijk, L.P. 1993. *Procedures for Soil Analysis*. 4th ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands.

Penetapan erapan P

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.

Peralatan

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

Pereaksi

- ◆ Larutan CaCl_2 0,1 M
Larutkan 14,700 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 g 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)**
Pipet 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 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 pemipetan standar pokok P.
- ◆ **Standar P 50 ppm**
Pipet 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**
Pipet 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)**
Pipet 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.

Cara kerja

Timbang 2,000 g tanah untuk setiap tingkat kepekatan P dan masing-masing dimasukkan ke dalam tabung sentrifusi. Masing-masing ditambah 20 ml larutan deret kepekatan P. Inkubasi selama 6 hari sambil dikocok 2×30 menit hari⁻¹ (pagi dan siang). Setelah selesai inkubasi, campuran disentrifus untuk mendapatkan cairan jernih. Pipet 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 693 nm.

Perhitungan

- ◆ P dalam larutan tanah ($\mu\text{g P ml}^{-1}$) = ppm kurva
- ◆ P dierap
$$= \frac{(P \text{ ditambahkan} - P \text{ larutan tanah}) \times 10 \times f_k}{(\mu\text{g P g tanah}^{-1}) \quad (\mu\text{g P ml}^{-1}) \quad (\mu\text{g P ml}^{-1})}$$
- ◆ Buat kurva hubungan P dalam larutan (sumbu x) dengan P dierap (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 dierap 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 Kamprath E.J. 1970. Phosphate Sorption Isotherms for Evaluating the Phosphate Requirement of Soils. Soil Sci. Soc. Am. Pro. 34: 902-907

Penetapan retensi P

Dasar penetapan

Daya retensi tanah terhadap fosfat ditetapkan dengan cara Blackmore (1981). Contoh tanah ditambahkan larutan fosfat 1000 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.

Peralatan

- ◆ Neraca analitik
- ◆ Mesin kocok bolak balik 180 goyangan menit⁻¹
- ◆ Alat sentrifusi dengan tabung sentrifuge 50 ml
- ◆ Alat dispenser/diluter
- ◆ Tabung reaksi
- ◆ Alat spektrofotometer

Pereaksi

- ◆ Larutan pengestrak 1000 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 1 bagian larutan asam vanadat dengan 1 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.

Cara kerja

Timbang contoh halus < 2 mm, sebanyak 2,000 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 kedalam tabung kimia dan ditambah 9,5 ml pereaksi asam vanadomolibdat. Kocok dan dibiarkan 30 menit. Ukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 466 nm.

Perhitungan

$$\text{Retensi P (\%)} = \{1000 - (\text{ppm kurva} \times \text{fp} \times \text{fk}) / 1.000\} \times 100$$

Keterangan:

ppm kurva = kadar P dalam 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 pengeksrak (mg/l)

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.

Penetapan susunan kation, kapasitas tukar kation (KTK) dan kejenuhan basa (KB)

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 pengeksrak dan dapat diukur. Untuk penetapan 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 Flamefotometer dan AAS. NH_4^+ (KTK) ditetapkan secara kolorimetri dengan metode Biru Indofenol.

Peralatan

- ◆ Neraca analitik
- ◆ Tabung perkolasi
- ◆ Labu ukur 50 ml

- ◆ Labu ukur 100 ml
- ◆ Labu semprot
- ◆ Spektrofotometer
- ◆ Flamefotometer
- ◆ Atomic absorption spectrophotometer (AAS)

Pereaksi

Perkolasi

- ◆ Amonium asetat 1 M, pH 7,0
Timbang 77,08 g serbuk NH₄-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: Campurkan 60 ml asam asetat glasial dengan 75 ml ammonia 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%
Timbang 100 g NaCl, kemudian dilarutkan dengan air bebas ion. Tambahkan 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
Buat 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 200 ppm K, 100 ppm Na, 50 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
5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mg
25,0 ml standar pokok 1.000 ppm Ca
Campurkan dalam labu ukur 100 ml, ditambah 25 ml NH₄-asetat 4 N, 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)
Pipet 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 %

Timbang 66,8376 gram $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dilarutkan dengan air bebas ion ditambahkan 10 ml HCl 25% kemudian diimpitkan tepat 1 l.

- ◆ Larutan La 0,125 %
Larutan La 2,5 % diencerkan 20 x dengan air bebas ion.

KTK cara destilasi

- ◆ Asam borat 1%
Larutkan 10 g H_3BO_3 dengan 1 l air bebas ion.
- ◆ Natrium Hidroksida 40 %
Larutkan 400 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.
- ◆ Batu didih
Buat dari batu apung yang dihaluskan.
- ◆ Penunjuk *Conway*
Larutkan 0,100 g merah metil (metil red) dan 0,150 g hijau bromkresol (*bromcresol green*) dengan 200 ml etanol 96 %.
- ◆ Larutan baku asam sulfat 1N (Titrisol)
- ◆ H_2SO_4 4 N
Masukkan 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. Encerkan sampai 1 l dengan air bebas ion, kocok. Kenormalannya ditetapkan dengan bahan baku boraks.

KTK cara kolorimetri

- ◆ Larutan Fenol
Timbang 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
Timbang 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 2500 m.e. $\text{NH}_4^+ \text{I}^-$
Timbang 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 NH_4^+ 0 dan 25 me I^-
Pipet standar 2500 m.e. $\text{NH}_4^+ \text{I}^-$ 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. $\text{NH}_4^+ \text{I}^-$
Pipet 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.

Cara kerja

Timbang 2,500 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 flock 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.

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 %. Diukur dengan AAS (untuk Ca dan Mg) dan flamefotometer (untuk pemeriksaan K dan Na) menggunakan deret standar sebagai pembanding.

Pengukuran KTK

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

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 aquades hingga setengah volume labu. Siapkan penampung untuk NH_3 yang dibebaskan yaitu erlenmeyer yang berisi 10 ml asam borat 1 % yang ditambah 3 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. Destilasi hingga volume penampung mencapai 50–75 ml (berwarna hijau). Destilat dititrasasi dengan H_2SO_4 0,050 N hingga warna merah muda. Catat volume titar contoh (V_c) dan blanko (V_b).

Destilasi perkolat

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

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 me l^{-1}) ke dalam tabung reaksi. Ke dalam setiap tabung tambahkan 9,5 ml air bebas ion (pengenceran 20x). 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.

Perhitungan

Kation_{dd} (cmol (+) kg^{-1}) (S)

$$\begin{aligned} &= (\text{ppm kurva/bst kation}) \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 1.000 \text{ g g contoh}^{-1} \times 0,1 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= (\text{ppm kurva/bst kation}) \times 50 \text{ ml} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 1.000 \text{ g} \times 2,5 \text{ g}^{-1} \times 0,1 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= (\text{ppm kurva/bst kation}) \times 2 \times \text{fp1} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kapasitas tukar kation (T)

Cara destilasi langsung:

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

Cara destilasi perkolat:

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

Cara kolorimetri:

$$\begin{aligned} \text{KTK (cmol (+) kg}^{-1}) &= \text{me kurva} \times 50 \text{ ml} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 1.000 \text{ g} \times 2,5 \text{ g}^{-1} \times 0,1 \times \text{fp2} \times \text{fk} \\ &= \text{me kurva} \times 2 \times \text{fp2} \times \text{fk} \end{aligned}$$

$$\text{Kejenuhan basa} = \text{jumlah kation}_{\text{dd}} (\text{S}) / \text{KTK} (\text{T}) \times 100 \%$$

Keterangan:

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

0,1 = faktor konversi dari mmol ke cmol

bst kation = bobot setara: Ca : 20, Mg: 12,15, K: 39, Na: 23

fp1 = faktor pengenceran (10)

fp2 = faktor pengenceran (20)

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

- Burt, R. (Ed.). 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual, Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4,0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.
- 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.
- van Reeuwijk, L.P. 1993. Procedures for Soil Analysis. 4th ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands.

Penetapan ketersediaan Fe, Mn, Cu, dan Zn ekstrak DTPA

Dasar penetapan

Pengekstrak DTPA (diethylene 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.

Peralatan

- ◆ Neraca analitik
- ◆ Botol kocok plastik 100 ml
- ◆ Mesin kocok
- ◆ Kertas saring / sentrifusi
- ◆ Tabung reaksi
- ◆ AAS

Pereaksi

- ◆ Larutan pengestrak DTPA pH 7,3
Timbang 1,96 g DTPA dan 14,92 g TEA (tri etanol amin), masukan ke dalam labu ukur 1.000 ml dan larutkan 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
Campurkan 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)
Pipet 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

Pipet 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.

Cara kerja

Timbang 10,00 g contoh tanah halus <2 mm. Tambah 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 AAS.

Perhitungan

Kadar unsur-unsur (ppm)

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \cdot 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 1.000 \text{ g g contoh}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \times 20 \cdot 1.000^{-1} \times 1.000 \cdot 10^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

$$= \text{ppm kurva} \cdot 2 \times \text{fp} \times \text{fk}$$

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

Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of reference methods for soil testing (revised edition). University of Georgia. Athens, Georgia.

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.

van Reeuwijk, L.P. 1993. Procedures for Soil Analysis. 4th ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands.

Penetapan C-organik

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.

Peralatan

- ◆ Neraca analitik
- ◆ Spektrofotometer

- ◆ Labu ukur 100 ml
- ◆ Dispenser 10 ml
- ◆ Pipet volume 5 ml

Pereaksi

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

Cara kerja

Timbang 0,500 g contoh tanah ukuran <0,5 mm, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 5 ml $K_2Cr_2O_7$ 1 N, lalu dikocok. Tambahkan 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.

Perhitungan

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar C-organik (\%)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 100 \times 1.000^{-1} \times 100 \times 500^{-1} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 10 \times 500^{-1} \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

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

- Black, C.A. 1965. Methods of Soil Analysis, Part 2, Agronomy 9. American Society of Agronomy, Madison, Wis.
- Graham, E.R. 1948. Determination of soil organik mater by means of a photoelectric colorimeter. Soil Sci. 65: 181 - 183.
- Page, A.L. , Miller R.H. and Keeney D.R. (Eds.). 1982. Methods of Soil Analysis, Part 2- Chemical and microbiological properties, 2nd Edition. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.

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.

Penetapan N-total

Dasar penetapan

Senyawa nitrogen organik dioksidasi dalam lingkungan asam sulfat pekat dengan katalis campuran selen membentuk $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. 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.

Peralatan

- ◆ Neraca analitik
- ◆ 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

Pereaksi

Destruksi

- ◆ Asam sulfat pekat (95-97 %)
- ◆ Campuran selen p.a. (tersedia di pasaran) atau
Buat 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%
Larutkan 10 g H_3BO_3 dengan 1 l air bebas ion.
- ◆ Natrium Hidroksida 40 %
Larutkan 400 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.
- ◆ Batu didih
Buat dari batu apung yang dihaluskan.
- ◆ Penunjuk Conway
Larutkan 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)

- ◆ H₂SO₄ 4 N
Masukan 111 ml H₂SO₄ p.a. pekat (95-97 %) sedikit demi sedikit melalui dinding labu labu ukur 1000 ml yang telah berisi sekitar 700 ml air bebas ion, kocok dan biarkan menjadi dingin. Tambahkan lagi air bebas ion hingga 1000 ml, kocok.
- ◆ Larutan baku asam sulfat 0,050 N
Pipet 50 ml larutan baku H₂SO₄ 1 N Titrisol ke dalam labu ukur 1 liter. 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 1000 ppm N
Timbang 4,7143 serbuk (NH₄)₂SO₄ 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 gram 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 gram 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%

Cara kerja

Destruksi contoh

Timbang 0,500 g contoh tanah ukuran <0,5 mm, masukan ke dalam tabung digest. Tambahkan 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 3 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).

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.

Perhitungan

Cara destilasi:

$$\begin{aligned}\text{Kadar nitrogen (\%)} &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100 \times 500^{-1} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 2,8 \times \text{fk}\end{aligned}$$

Keterangan :

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

Cara Spektrofotometri:

$$\begin{aligned}\text{Kadar nitrogen (\%)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1000 \text{ ml}^{-1} \times 100/\text{mg contoh} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50 \times 1.000^{-1} \times 100 \times 500^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,01 \times \text{fp} \times \text{fk}\end{aligned}$$

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

- Black, C.A. 1965. Methods of Soil Analysis, Part 2, Agronomy 9. American Society of Agronomy, Madison, Wis.
- Burt, R. (Ed.). 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual, Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4.0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.
- Lisle, L., J. Gaudron and R. Lefroy. 1990. Laboratory Techniques for Plant and Soil Analysis. UNE-ACIAR- Crawford Fund. Department of Agronomy and Soil Science, University of New England, Armidale, Australia. and Australian Centre for International Agricultural Research.
- Page, A.L., Miller R.H. and Keeney D.R. (Eds.). 1982. Methods of Soil Analysis, Part 2- Chemical and microbiological properties, 2nd Edition. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.

Penetapan unsur hara makro dan mikro ekstrak Morgan Wolf

Dasar penetapan

Pengekstrakan 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 pengekstrakan ini.

Penambahan DTPA ke dalam pengekstrakan Morgan meningkatkan kemampuan mengekstrakan logam-logam. Pengekstrakan 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. Pengekstrakan ini cocok untuk tanah ber-pH masam sampai hampir netral.

Peralatan

- ◆ Neraca analitik
- ◆ 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 menit⁻¹
- ◆ Flamefotometer
- ◆ AAS
- ◆ Spektrofotometer

Pereaksi

- ◆ Pengekstrakan Morgan-Wolf
Timbang 100 g Na-asetat ($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dalam labu ukur 1000 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 1000 ml dan dikocok.
- ◆ Karbon aktif

- ◆ Pengekstrak Morgan-Wolf pekat empat kali
Cara kerja seperti pembuatan pengekstrak Morgan-Wolf dengan menggunakan bahan empat kali, kecuali pengenceran tetap hingga 1 l.
- ◆ Standar pokok 1.000 ppm N-NH₄⁺
Timbang 4,7143 serbuk (NH₄)₂SO₄ 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-NH₄ 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-NH₄⁺
Pipet 0, 1, 2, 4, 6, 8 dan 10 ml standar 20 ppm N-NH₄⁺ 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
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. Encerkan 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 K₂Na-tartrat dan aduk hingga larut. Encerkan dengan air bebas ion sampai 1 l.
- ◆ Natrium hipoklorit (NaOCl) 5 %
- ◆ Standar pokok 1.000 ppm N-NO₃⁻
Larutkan 7,218 g serbuk KNO₃ p.a. (kering 105 °C) dengan air bebas ion di dalam labu ukur hingga 1 l.
- ◆ Standar pokok 1.000 ppm S-SO₄²⁻
Timbang 5,4459 g K₂SO₄ 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-SO₄²⁻ dan 10 ppm N-NO₃⁻
Pipet 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)
Pipet 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 %
Larutkan 2 g brucine dengan pengekstrak Morgan-Wolf hingga 100 ml.
- ◆ H₂SO₄ pekat (95-97 %) p.a.
- ◆ Larutan BaCl₂-Tween
Timbang 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, tambahkan 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
Larutkan 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
Timbang 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
Larutkan 2,1954 g KH₂PO₄ p.a. (kering 40°C) dengan air bebas ion dalam labu ukur 1000 ml, ditambah beberapa tetes kloroform, kemudian diimpitkan sampai tanda garis. Dapat pula digunakan standar pokok PO₄³⁻ dari Titrisol.
- ◆ Standar P 50 ppm
Pipet 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
Pipet 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)
Pipet 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 PO₄³⁻, deret standar dibuat dengan kepekatan 0 – 4 ppm.
- ◆ Standar campur 250 ppm K, 50 ppm Mg, 250 ppm Ca.
Pipet masing-masing:
25,0 ml standar pokok 1000 ppm K
25,0 ml standar pokok 1000 ppm Ca
5,0 ml standar pokok 1000 ppm Mg
Campurkan dalam labu ukur 100 ml, ditambahkan 25 ml pengekstrak *Morgan-Wolf* pekat empat 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)
Pipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml, masing-masing dimasukkan kedalam tabung reaksi dan dijadikan 10 ml dengan larutan *Morgan-Wolf*.
- ◆ Larutan La 0,25 %
Timbang 66,8376 gram LaCl₃·7H₂O, dilarutkan dengan air bebas ion ditambahkan 10 ml HCl 25% kemudian diimpitkan tepat 1 l.
- ◆ Standar pokok Fe, Al, Mn, Cu dan Zn masing-masing 1000 ppm
Gunakan larutan standar Titrisol.
- ◆ Deret standar Al (50 ppm)
Pipet 10 ml standar pokok Al 1000 ppm ke dalam labu ukur 200 ml. Tambahkan 25 ml pengekstrak *Morgan-Wolf* pekat empat kali dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 200 ml.

- ◆ Deret standar Al (0-50 ppm)
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 50 ppm Al ke dalam tabung reaksi. Tambahkan pengekstrak *Morgan-Wolf* hingga 10 ml.
- ◆ Standar campur Fe (100 ppm), Mn (100 ppm), Cu (50 ppm), dan Zn (25 ppm)
Pipet masing-masing:
 - 10,0 ml standar pokok 1000 ppm Fe
 - 10,0 ml standar pokok 1000 ppm Mn
 - 5,0 ml standar pokok 1000 ppm Cu
 - 2,5 ml standar pokok 1000 ppm Zn
 Campurkan 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 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 pengekstrak *Morgan-Wolf* hingga volume setiap tabung menjadi 10 ml.
- ◆ Larutan standar 2 ppm B
Pipet 2 ml larutan standar 100 ppm B ke dalam labu ukur 100 ml. Diencerkan dengan pengekstrak *Morgan-Wolf* hingga 100 ml.
- ◆ Deret standar 0-2 ppm 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. Deret standar ini mengandung: 0; 0,5; 1,0; 1,5 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. Tambahkan 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.

Cara kerja

Timbang 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⁻¹. Saring dengan kertas saring Whatman No.1 untuk mendapatkan ekstrak yang jernih.

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.

Pengukuran NO₃⁻

Pipet masing-masing 5 ml ekstrak contoh dan deret standar ke dalam tabung reaksi. Ditambahkan berturut-turut 0,5 ml larutan brucine dan 5 ml H₂SO₄ 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 432 nm.

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 693 nm.

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 & Mg diukur dengan AAS dan K diukur dengan alat Flamephotometer dengan deret standar sebagai pembanding.

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 432 nm.

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 AAS dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding. Al menggunakan nyala campuran gas N₂O-asetilen, sedangkan yang lainnya menggunakan nyala campuran udara-asetilen.

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.

Perhitungan

$$\begin{aligned} & \text{Kadar unsur makro dan mikro (ppm)} \\ & = \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 1000 \text{ g g contoh}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ & = \text{ppm kurva} \times 40/1.000 \times 1.000/20 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ & = \text{ppm kurva} \times 2 \times \text{fp} \times \text{fk} \end{aligned}$$

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 methode for soil testing (revised edition).
Hesse, P.R. 1971. A Textbook of Soil Chemical Analysis. Chemical Publishing Co.,Inc. New York.
Jones Jr., J.B. and B. Wolf 1984. Soil Testing. Soil testing procedures using modified (Wolf) Morgan extracting reagent. Benton Laboratories, INC, Athens. Georgia.

Penetapan total unsur hara makro dan mikro

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 AAS, flamefotometer dan spektrofotometer.

Peralatan

- ◆ Neraca analitik 3 desimal
- ◆ Tabung digestion & blok digestion
- ◆ Pengocok tabung
- ◆ Dispenser.
- ◆ Tabung reaksi
- ◆ Spektrophotometer UV-VIS
- ◆ AAS
- ◆ Flamephotometer
- ◆ Spektrofotometer

18.3 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
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 pokok 500 ppm P
Larutkan 2,1954 g KH_2PO_4 p.a. (yang telah dikeringkan pada 130°C selama 2 jam) dengan air bebas ion dalam labu ukur 1000 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)
Pipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml standar 50 ppm P kedalam 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 1000 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 liter. Larutkan dan impitkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- ◆ Standar 50 ppm S
Dipipet 5 ml standar S 1000 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 masukan 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, tambahkan 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, tambahkan 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.
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
 - 5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mg
 Campurkan dalam labu ukur 100 ml, tambahkan perlahan 1 ml HClO_4 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 (0-50 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 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	5	10	20	30	40	50	ppm Mg

- ◆ Larutan La 2,5 %
Timbang 66,8376 g LaCl₃.7H₂O, larutkan dengan air bebas ion ditambahkan 10 ml HCl 25% 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 1000 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)
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 air bebas ion hingga tepat.
- ◆ 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 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)
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 H₃BO₃ 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. Encerkan dengan larutan standar 0 hingga 100 ml.
- ◆ Deret standar 0-2 ppm 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. Deret standar ini mengandung: 0; 0,5; 1,0; 1,5; dan 2,0 ppm B
- ◆ Larutan sangga
Larutkan 100 g NH₄-Asetat, 10 g EDTA-4Na dan nitrilotriaceticacid (NTA) dengan 160 ml air bebas ion di dalam botol plastik. Tambahkan perlahan 50 ml asam asetat glasial dan diaduk hingga homogen.
- ◆ Azomethine-H
Larutkan 0,25 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.

Cara kerja

Timbang 0,500 g contoh tanah <0,5 mm ke dalam tabung *digestion*. Tambahkan 5 ml HNO₃ p.a. dan 0,5 ml HClO₄ p.a. dan biarkan satu malam. Besoknya dipanaskan dalam *digestion* blok dengan suhu 100 °C selama satu jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 150 °C. Setelah uap kuning habis suhu *digestion* blok ditingkatkan menjadi 200 °C. Destruksi selesai setelah keluar asap putih dan sisa ekstrak kurang lebih 0,5 ml. Tabung diangkat dan dibiarkan dingin. Ekstrak diencerkan dengan air bebas ion hingga volume tepat 50 ml dan kocok dengan pengocok tabung hingga homogen.

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

Pengukuran P

Pipet masing-masing 1 ml ekstrak contoh dan deret standar P ke dalam tabung kimia. Tambahkan 9 ml air bebas ion dan kocok (pengenceran 10x). Pipet masing-masing 2 ml ekstrak encer contoh dan deret standar ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 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 693 nm.

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 %. Kocok dengan menggunakan pengocok tabung sampai homogen. Ca dan Mg diukur dengan AAS sedangkan K dan Na diukur dengan alat flamephotometer dengan deret standar sebagai pembanding.

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 432 nm.

Pengukuran Fe, Al, Mn, Cu, dan Zn

Fe, Al, Mn, Cu dan Zn diukur langsung dari ekstrak contoh menggunakan AAS dengan deret standar masing-masing sebagai pembanding. Al menggunakan nyala campuran gas N₂O-asetilen, sedangkan yang lainnya menggunakan nyala campuran udara-asetilen.

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.

Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar P, K, Ca, Mg, dan Na (\%)} \\ &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/500 \times 10 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,1 \times \text{fk} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar S (\%)} &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/500 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,01 \times \text{fk} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar Fe, Al, Mn, Cu, Zn, dan B (ppm)} \\ &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1000 \text{ ml}^{-1} \times 1.000 \text{ g g contoh}^{-1} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 1.000/0,5 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

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

DAFTAR ACUAN

- Burt, R. (Ed.). 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual, Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4.0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.
- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of reference methode for soil testing (revised edition).
- Horwitz, William. (ed.). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, 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.

Penetapan total unsur hara logam berat

Dasar penetapan

Unsur logam berat total dalam tanah dapat diekstrak dengan cara pengabuan basah menggunakan asam campur pekat HNO_3 dan HClO_4 . Kadar logam berat dalam ekstrak diukur menggunakan AAS.

Peralatan

- Neraca analitik 3 desimal
- Tabung *digestion* & blok *digestion*
- Pengocok tabung
- Dispenser
- Tabung reaksi
- Tabung sentrifusi
- AAS

Pereaksi

- ◆ HNO_3 pekat (65 %) p.a.
- ◆ HClO_4 pekat (60 %) p.a.
- ◆ 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 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 1000 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 1000 ml, kemudian encerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml, kocok.
- ◆ Deret standar campuran:
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml larutan standar campuran kedalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2; dan 0 ml larutan standar 0, 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 1000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml, lalu dikocok.

- ◆ 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 standard 0, lalu dikocok
- ◆ 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 standar 50 ppm Sn ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2; dan 0 ml standar 0, lalu dikocok

Cara kerja

Timbang 1,000 g contoh ke dalam tabung digest, ditambahkan 1 ml asam perklorat p.a dan 5 ml asam nitrat p.a, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100 °C selama 1 jam 30 menit, suhu ditingkatkan menjadi 130 °C selama 1 jam, suhu ditingkatkan 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 (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 10 ml, lalu dikocok.

Pengukuran

Ekstrak jernih diukur dengan alat AAS menggunakan deret standar masing-masing logam berat sebagai pembanding.

Perhitungan

Kadar logam berat (ppm)

$$\begin{aligned}
 &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 1000 \text{ g g contoh}^{-1} \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 10/1.000 \times 1.000/1 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 10 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

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

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

DAFTAR ACUAN

Burt, R. (Ed.). 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual, Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4,0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.

Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of reference methode for soil testing (revised edition).

Horwitz, William. (ed.). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, 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.

ANALISIS JARINGAN TANAMAN

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 nomorurut sesuai dengan nomor percobaan atau perlakuan. Contoh-contoh tersebut siap untuk analisis kimia.

Penetapan kadar air

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.

Peralatan

- ◆ Botol timbang
- ◆ Neraca analitik
- ◆ Oven
- ◆ Eksikator

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.

Perhitungan

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

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

DAFTAR ACUAN

Horwitz, William. (Ed.). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.

Penetapan N-total cara pengabuan basah dengan H₂SO₄

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.

Peralatan

- ◆ Neraca analitik 3 desimal
- ◆ Tabung *digestion* & blok *digestion*
- ◆ Pengocok tabung
- ◆ Alat destilasi atau spektrofotometer
- ◆ Labu didih 250 ml
- ◆ Erlenmeyer 100 ml
- ◆ Tabung reaksi

Pereaksi

Destruksi

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

Destilasi

- ◆ Natrium Hidroksida 40 %
Larutkan 400 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.
- ◆ Asam borat 1%
Larutkan 10 g H₃BO₃ dengan 1 l air bebas ion.
- ◆ Penunjuk *Conway*
Larutkan 0,100 g merah metil (metil red) dan 0,150 g hijau bromkresol (bromcresol green) dengan 200 ml etanol 96 %.
- ◆ Larutan baku asam sulfat 1N (titrisol)
- ◆ H₂SO₄ 4 N
Masukan 111 ml H₂SO₄ p.a. pekat (95-97 %) sedikit demi sedikit melalui dinding labu labu ukur 1000 ml yang telah berisi sekitar 700 ml air bebas ion, kocok dan biarkan menjadi dingin. Tambahkan lagi air bebas ion hingga 1000 ml, kocok.
- ◆ Larutan baku asam sulfat 0,050 N
Pipet 50 ml larutan baku H₂SO₄ 1 N Titrisol ke dalam labu ukur 1 liter. Encerkan dengan air bebas ion hingga 1 l. Atau:
Pipet 12,5 ml asam sulfat 4 N ke dalam labu ukur 1 l. Encerkan sampai 1 l dengan air bebas ion, kocok. Kenormalannya ditetapkan dengan bahan baku boraks.

- ◆ Penunjuk Conway
Larutkan 0,100 g merah metil (*metil red*) dan 0,150 g hijau bromkresol (*bromcresol green*) dengan 200 ml etanol 96 %.
- ◆ Asam borat 1%
Larutkan 10 g H₃BO₃ dengan 1 l air bebas ion.
- ◆ Batu didih
Buat 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 1000 ppm N ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan standar 0 hingga tepat 100 ml.
- ◆ Deret standar 0-20 ppm N
Pipet 0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml standar N 20 ppm masing-masing 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 gram 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 gram serbuk fenol dan aduk hingga larut. Diencerkan dengan air bebas ion sampai 1 l.
- ◆ Larutan sanga Tartrat
Timbang 50 gram serbuk NaOH p.a. dan larutkan 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 %

Cara kerja

Destruksi contoh

Timbang 0,250 g contoh tanaman <0,5 mm ke dalam tabung *digestion*. Tambahkan 1 g campuran selen dan 2,5 ml H₂SO₄ p.a. Campuran diratakan dan biarkan satu malam supaya diperarang. Siapkan pula blanko dengan memasukkan 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. Siapkan penampung NH_3 yang dibebaskan yaitu erlenmeyer yang berisi 10 ml asam borat 1 % ditambah 2 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. Destilasi 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). Cara ini seperti penetapan N-Kjeldahl contoh tanah dan dapat dijadikan metode acuan.

Pengukuran N dengan spektrofotometer

Pipet 1 ml ekstrak contoh ke dalam tabung reaksi, tambahkan 9 ml air bebas ion dan kocok dengan pengocok tabung. Pipet ke dalam tabung reaksi masing-masing 2 ml ekstrak encer dan deret standar. Tambahkan berturut-turut larutan sangga Tartrat dan 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.

Perhitungan

Cara destilasi:

$$\begin{aligned}\text{Kadar N (\%)} &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 50 \text{ ml} \times 10 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 50/10 \times 100/250 \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk}\end{aligned}$$

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:

$$\begin{aligned}\text{Kadar N (\%)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1000 \times 100/250 \times 10 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,2 \times \text{fk}\end{aligned}$$

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 (10)
fk	= faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

DAFTAR ACUAN

- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of reference methode for soil testing (revised edition).
- Horwitz, William. (ed.). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, 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.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71.
- Lisle, L., J. Gaudron and R. Lefroy. 1990. Laboratory Techniques for Plant and Soil Analysis. UNE-ACIAR- Crawford Fund. Department of Agronomy and Soil Science, University of New England, Armidale, Australia.and Australian Centre for International Agricultural Research.

Penetapan unsur hara makro dan mikro cara pengabuan basah dengan HNO_3 dan HClO_4

Dasar penetapan

Unsur hara makro dan mikro total dalam tanah 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), fotometer nyala dan spektrofotometer.

Peralatan

- ◆ Neraca analitik 3 desimal
- ◆ Tabung *digestion* & blok *digestion*
- ◆ Pengocok tabung
- ◆ Dispenser.
- ◆ Tabung reaksi
- ◆ Spektrophotometer UV-VIS
- ◆ SSA
- ◆ Fotometer nyala

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 gram $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 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 1000 ppm titrisol ke dalam labu 250 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis lalu kocok.
- ◆ Standar PO_4 20 ppm
Pipet 10 ml standar PO_4 200 ppm ke dalam labu 100 ml, impitkan dengan standar 0.
- ◆ Deret standar PO_4 (0-20 ppm)
Pipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 20 ppm PO_4 ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 sehingga volume masing-masing menjadi 10 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 2; 4; 8; 12; 16; dan 20 ppm P
- ◆ 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 liter.
- ◆ 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, tambahkan 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, tambahkan 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.
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
 - 5,0 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 (0-250 ppm), Na (0-100 ppm), Ca (0-250 ppm), dan Mg (0-50 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	5	10	20	30	40	50	ppm Mg

- ◆ Larutan La 2,5 %
Timbang 66,8376 g $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dilarutkan dengan air bebas ion ditambahkan 10 ml HCl 25% kemudian diimpitkan tepat 1 l.
- ◆ Larutan La 0,25 %
Larutan La 2,5 % diencerkan 10 x dengan air bebas ion.
- ◆ Standar pokok Fe, Al, Mn, Cu, dan Zn masing-masing 1.000 ppm
Gunakan larutan standar titrisol.
- ◆ Deret standar Al (0-50 ppm)
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10,0 ml standar pokok Al 1.000 ppm ke dalam labu ukur 200 ml. Tambahkan perlahan 1 ml HClO_4 pekat dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml. Deret standar ini memiliki kepekatan: 0; 5; 10; 20; 30; 40 dan 50 ppm Al
- ◆ Standar campur Fe (100 ppm), Mn (100 ppm), Cu (50 ppm) dan Zn (25 ppm)
Pipet masing-masing:
 - 10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Fe
 - 10,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mn
 - 5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Cu
 - 2,5 ml standar pokok 1.000 ppm Zn
 Campurkan dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan perlahan 1 ml HClO_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)
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 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)
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 0,2857g 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
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. Deret standar ini mengandung: 0; 0,5; 1,0; 1,5; 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.

Cara kerja

Timbang 0,500 g contoh tanaman <0,5 mm ke dalam tabung *digestion*. Ditambahkan 5 ml HNO_3 p.a. dan 0,5 ml $HClO_4$ p.a. dan biarkan satu malam. Besoknya dipanaskan dalam *digestions* blok dengan suhu 100 °C selama satu jam, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 150 °C. Setelah uap kuning habis suhu *digestion* blok ditingkatkan menjadi 200 °C. Destruksi selesai setelah keluar asap putih dan sisa ekstrak kurang lebih 0,5 ml. Tabung diangkat dan dibiarkan dingin. Ekstrak diencerkan dengan air bebas ion hingga volume tepat 50 ml dan kocok dengan pengocok tabung hingga homogen. Ekstrak ini dapat digunakan untuk pengukuran unsur-unsur makro: P, K, Ca, Mg, Na, S, dan unsur-unsur mikro: Fe, Al, Mn, Cu, Zn, dan B.

Pengukuran P

Pipet masing-masing 1 ml ekstrak contoh ke dalam tabung kimia. Tambahkan 9 ml air bebas ion dan kocok (pengenceran 10x). Dipipet masing-masing 2 ml ekstrak encer contoh dan deret standar P (0-20 ppm PO_4) ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 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 693 nm.

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 %. Kocok dengan menggunakan pengocok tabung sampai homogen. Ca dan Mg diukur dengan SSA sedangkan K dan Na diukur dengan alat fotometer nyala dengan deret standar sebagai pembandingan.

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 $BaCl_2$ -

tween kemudian kocok dengan pengocok tabung sampai homogen. Biarkan 30 menit dan kemudian diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 432 nm.

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.

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.

Perhitungan

Kadar P (%)

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{B.A. P /B.M. PO}_4 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/500 \times 31/95 \times 10 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,1 \times 31/95 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Kadar K, Ca, Mg dan Na (%)

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

Kadar S (%) = ppm kurva x ml ekstrak 1.000 ml⁻¹ x 100 mg contoh⁻¹ x fk

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times 50/1000 \times 100/500 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,01 \times \text{fk} \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 1000 \text{ g g contoh}^{-1} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 1.000/0,5 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

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

100 = faktor konversi ke %

1000 = faktor konversi ke ppm (mg/kg)

fp = faktor pengenceran (10)

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

DAFTAR ACUAN

- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of reference methode for soil testing (revised edition).
- Horwitz, William. (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, 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.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71.
- Lisle, L., J. Gaudron and R. Lefroy. 1990. Laboratory Techniques for Plant and Soil Analysis. UNE-ACIAR- Crawford Fund. Department of Agronomy and Soil Science, University of New England, Armidale, Australia.and Australian Centre for International Agricultural Research.
- Walsh, L.M. and J.D. Beaton. 1973. Soil Testing and Plant Analysis edition. Soil Sci.Soc.Am., Madison,Wisconsin.

Penetapan unsur hara makro cara pengabuan basah dengan H_2SO_4 dan H_2O_2

Dasar penetapan

Unsur hara makro dan mikro total dalam tanah dapat diekstrak dengan cara pengabuan basah menggunakan H_2SO_4 pekat dan H_2O_2 . Kadar makro dan mikro dalam ekstrak diukur menggunakan SSA, fotometer nyala dan spektrofotometer.

Peralatan

- ◆ Neraca analitik 3 desimal
- ◆ Tabung *digestion* & blok *digestion*
- ◆ Pengocok tabung
- ◆ Dispenser.
- ◆ Alat destilasi
- ◆ Labu didih 250 ml
- ◆ Erlenmeyer 100 ml bertera
- ◆ Tabung reaksi
- ◆ Spektrofotometer UV-VIS
- ◆ SSA
- ◆ Photometer nyala

Pereaksi

- ◆ H_2SO_4 pekat (95-97 %) p.a.
- ◆ H_2O_2 pekat (30 %) p.a.
- ◆ Larutan NaOH 40 %
- ◆ Larutan baku H_2SO_4 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 1000 ppm N
Timbang 4,7143 serbuk $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 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
Timbang 100 g serbuk NaOH p.a. dan larutkan 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
Timbang 50 g serbuk NaOH p.a. dan larutkan 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 %
- ◆ 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 1000 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.
- ◆ Standar PO_4 20 ppm
Pipet 10 ml standar PO_4 200 ppm ke dalam labu 100 ml, impitkan dengan standar 0.
- ◆ Deret standar PO_4 (0-20 ppm)
Pipet berturut turut 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml standar 20 ppm PO_4 ke dalam tabung reaksi. Tambahkan standar 0 sehingga volume masing-masing menjadi 10 ml.
- ◆ Standar campur 250 ppm K, 100 ppm Na, 50 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

5,0 ml standar pokok 1.000 ppm Mg

Campurkan dalam labu ukur 100 ml, tambahkan 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 (0-50 ppm), dan Na (0-100 ppm)
Pipet standar campur sebanyak 0; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ml, masing-masing masukan ke dalam tabung reaksi dan jadikan 10 ml dengan larutan standar 0.
- ◆ Larutan La 2,5 %
Timbang 66,8376 g $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dilarutkan dengan air bebas ion ditambahkan 10 ml HCl 25% kemudian diimpitkan tepat 1 l.
- ◆ Larutan La 0,25 %
Larutan La 2,5 % diencerkan 10 x dengan air bebas ion.

Cara kerja

Timbang 0,250 g contoh tanaman <0,5 mm ke dalam tabung *digestion*. Tambahkan 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, dinginkan 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.

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. Siapkan 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. Destilasi 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.

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.

Pengukuran P

Pipet masing-masing 1 ml ekstrak contoh dan deret standar PO₄ ke dalam tabung kimia. Tambahkan 9 ml air bebas ion dan kocok (pengenceran 10x). Pipet masing-masing 2 ml ekstrak encer contoh dan deret standar ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 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 693 nm.

Pengukuran K, Ca, Mg, dan Na

Pipet 1 ml ekstrak dan deret standar masing-masing ke dalam tabung kimia dan tambahkan 9 ml larutan La 0,25 %. Kocok dengan menggunakan pengocok tabung sampai homogen. Ca dan Mg diukur dengan SSA sedangkan K dan Na diukur dengan alat fotometer nyala dengan deret standar sebagai pembandingan.

Perhitungan

N cara destilasi:

$$\begin{aligned}\text{Kadar N (\%)} &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 50 \text{ ml} \times 10 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 50/10 \times 100/250 \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk}\end{aligned}$$

Keterangan :

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

N cara spektrofotometri:

$$\begin{aligned}\text{Kadar N (\%)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/250 \times 10 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,2 \times \text{fk}\end{aligned}$$

Keterangan:

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

Kadar P (%)

$$\begin{aligned}&= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{B.A. P/B.M. PO}_4 \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/250 \times 31/95 \times 10 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,2 \times 31/95 \times \text{fk}\end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned}&= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 50/1.000 \times 100/250 \times 10 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,2 \times \text{fk}\end{aligned}$$

Keterangan:

- ppm kurva = kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko.
100 = faktor konversi ke %
1.000 = faktor konversi ke ppm (mg kg^{-1})
fp = faktor pengenceran (10)
fk = faktor koreksi kadar air = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$

DAFTAR ACUAN

- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of reference methode for soil testing (revised edition).
- Horwitz, William. (Ed.). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, 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.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71.
- Lisle, L., J. Gaudron, and R. Lefroy. 1990. Laboratory Techniques for Plant and Soil Analysis. UNE-ACIAR- Crawford Fund. Department of Agronomy and Soil Science, University of New England, Armidale, Australia.and Australian Centre for International Agricultural Research.
- Walsh, L.M. and J.D. Beaton. 1973. Soil Testing and Plant Analysis edition. Soil Sci.Soc.Am., Madison,Wisconsin.

Penetapan total unsur hara logam berat cara pengabuan basah dengan HNO_3 dan HClO_4

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.

Peralatan

- Neraca analitik 3 desimal
- Tabung digestion & blok digestion
- Pengocok tabung
- Dispenser
- Tabung reaksi
- Tabung sentrifusi
- SSA

Pereaksi

- ◆ HNO_3 pekat (65%) p.a.
- ◆ HClO_4 pekat (60%) p.a.
- ◆ Standar 0 (larutan HClO_4 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 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 1000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1.000 ml, kocok.
 - ◆ 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, 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 1000 ml, kemudian diencerkan dengan larutan standar 0 hingga 1000 ml, lalu dikocok.
 - ◆ 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, lalu dikocok.
 - ◆ 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 standar 50 ppm Sn ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10, 9, 8, 6, 4, 2; dan 0 ml standar 0, lalu dikocok

Cara Kerja

Timbang 1,000 g contoh ke dalam tabung digest, ditambahkan 1 ml asam perklorat dan 5 ml asam nitrat, didiamkan satu malam. Esoknya dipanaskan pada suhu 100 °C selama 1 jam 30 menit, suhu ditingkatkan menjadi 130 °C selama 1 jam, suhu

ditingkatkan 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 lagi 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 10 ml, lalu dikocok.

Pengukuran

Ekstrak jernih diukur dengan alat SSA menggunakan deret standar masing-masing logam berat sebagai pembanding.

Perhitungan

$$\begin{aligned}\text{Kadar logam berat (ppm)} &= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 1000 \text{ g g contoh}^{-1} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10/1.000 \times 1.000/1 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 10 \times \text{fk}\end{aligned}$$

Keterangan:

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

1000 = faktor konversi ke ppm (mg/kg)

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

DAFTAR ACUAN

- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of reference methode for soil testing (revised edition).
- Horwitz, William. (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, 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.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71.
- Lisle, L., J. Gaudron, and R. Lefroy. 1990. Laboratory Techniques for Plant and Soil Analysis. UNE-ACIAR- Crawford Fund. Department of Agronomy and Soil Science, University of New England, Armidale, Australia.and Australian Centre for International Agricultural Research.
- Walsh, L.M. and J.D. Beaton. 1973. Soil Testing and Plant Analysis edition. Soil Sci.Soc.Am., Madison,Wisconsin.

ANALISIS AIR IRIGASI

Persiapan contoh

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

Penetapan kadar lumpur

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}).

Peralatan

- Piring aluminium
- Kertas saring berlipat
- Corong berdiameter 15 cm
- Erlenmeyer 1 l
- Pengering listrik 105°C

Pereaksi

- Air bebas ion

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. Saringan dalam erlenmeyer dapat digunakan untuk penetapan kation, anion dan unsur-unsur lain. Lumpur dalam kertas saring dimasukkan kembali ke dalam piring aluminium dan dikeringkan pada suhu 105°C selama 1 - 3 jam, didinginkan dalam eksikator dan ditimbang (B mg).

Perhitungan

$$\text{Kadar Lumpur (mg/l)} = (B - A) \times 1000 \text{ ml/ml contoh yang disaring}$$

Keterangan:

A = berat kertas saring kosong (mgram)

B = berat kertas saring + lumpur kering

1.000 = faktor dari ml ke liter

DAFTAR ACUAN

- Menon, R. G. 1973. Soil and Water Analysis, A laboratory manual for the analysis of soil and water. FAO/UNDP Project.
- Sudjadi, M. dan I.M. Widjik. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi, Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah Bogor.

Penetapan daya hantar listrik

Dasar penetapan

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

Peralatan

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

Pereaksi

- Larutan baku NaCl 692 ppm yang memiliki daya hantar listrik sebesar 1.413 $\mu\text{S/cm}$.

Cara kerja

Alat konduktometer dinyalakan. Elektrode dicuci (disemprot) dengan air bebas ion lalu dikeringkan dengan tisu. Alat dikalibrasi dengan memasukkan elektrode ke dalam larutan baku NaCl. Tepatkan pembacaan alat menjadi 1.413 $\mu\text{S/cm}$.

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

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

DAFTAR ACUAN

- Clesceri, L. S., A.E. Greenberg and A. D. Eaton (*Eds.*). 1998. Standard Methods for The Eximination of Water & Wastewater. 20 th edition, APHA AWWA WEF, Maryland, USA.
- 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.

Penetapan pH

Dasar penetapan

Nilai pH air dapat diukur langsung dengan pH meter menggunakan elektrode gelas kombinasi.

Peralatan

pH-meter dengan elektrode gelas kombinasi

Pereaksi

Larutan sangga pH 7,00 dan pH 4,01

Cara kerja

Tombol suhu pada alat pengukur pH disesuaikan dengan suhu larutan yang diperiksa. pH-meter dikalibrasi dengan larutan penyangga pH 7,00 dan pH 4,01. Bilas elektrode dengan air bebas ion dan keringkan dengan tisu sebelum pengukuran setiap contoh/larutan sangga.

Elektrode dimasukkan ke dalam contoh (kira-kira 25 ml) baca setelah mantap. Bilas elektrode dengan air bebas ion dan keringkan dengan tisu sebelum pengukuran setiap contoh/larutan sangga.

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

DAFTAR ACUAN

- Clesceri, L. S., A.E. Greenberg and A. D. Eaton (*Eds.*). 1998. Standard Methods for The Eximination of Water & Wastewater. 20 th edition, APHA AWWA WEF, Maryland, USA.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A laboratory manual for the analysis of soil and water. FAO/UNDP Project.
- M. Sudjadi dan I.M. Widjik. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi, Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah Bogor.
- 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.

Penetapan K, Na, Ca, dan Mg

Dasar penetapan

Unsur hara Ca dan Mg dalam air dapat diukur dengan SSA sedangkan unsur K dan Na diukur dengan fotometer nyala.

Peralatan

- Fotometer nyala
- 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

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 200 ppm K, 100 ppm Na, 250 ppm Ca, dan 50 ppm Mg (standar campuran 1).
Pipet 20 ml standar pokok 1.000 ppm K, 10 ml standar pokok 1.000 ppm Na, 25 ml standar pokok 1.000 ppm Ca dan 5 ml standar pokok 1.000 ppm Mg ke dalam labu ukur 100 ml dan diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda garis.
- Standar campuran 20 ppm K, 10 ppm Na, 25 ppm Ca, dan 5 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 0-20 ppm K, 0-10 ppm Na, 0-25 ppm Ca, dan 0-5 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	2	4	8	12	16	20	ppm K
0	1	2	4	6	8	10	ppm Na
0	2,5	5	10	15	20	25	ppm Ca
0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	ppm Mg

- 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.

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 K dan Na dalam contoh dengan flamephotometer, serta Ca dan Mg dengan SSA, menggunakan deret standar sebagai pembandingan.

Perhitungan

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

Keterangan:

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

fp = faktor pengenceran (kalau ada)

bst kation = bobot setara kation (K = 39, Na = 23, Ca = 40/2, Mg = 24.3/2)

DAFTAR ACUAN

- Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (*Eds.*). 1998. Standard Methods for The Eximination of Water & Wastewater. 20 th edition, APHA AWWA WEF, Maryland, USA.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A laboratory manual for the analysis of soil and water. FAO/UNDP Project.

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

Penetapan Fe, Mn, Al, Cu, dan Zn

Dasar penetapan

Unsur hara Fe, Mn, Al, Cu dan Zn dalam air dapat diukur langsung dengan SSA

Peralatan

- 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

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

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 pembandingan.

Perhitungan

$$\text{Kadar kation (me l}^{-1}\text{)} = \text{ppm kurva/bst kation} \times \text{fp}$$

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

Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (*Eds.*). 1998. Standard Methods for The Eximanation of Water & Wastewater. 20 th edition, APHA AWWA WEF, Maryland, USA.

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.

Penetapan amonium

Dasar penetapan

Amonium dalam air dapat diukur langsung secara kolorimetri dengan metode biru indofenol.

Peralatan

- Spektrofotometer visibel
- Pipet ukur 10 ml
- Pipet isi 10 dan 25 ml
- Tabung kimia

Pereaksi

- Larutan sanga sitrat
Timbang 32 g serbuk NaOH p.a. ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan 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 larutkan dengan sekitar 500 ml air bebas ion secara perlahan sambil diaduk. Setelah dingin tambahkan 137 g serbuk fenol, kemudian encerkan 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 dua kali larutan natrium hipoklorit 10 %
- Larutan standar induk 1000 ppm N
Timbang 4,7193 g (NH₄)₂SO₄ (yang telah dikeringkan pada 100 °C selama 4 jam) ke dalam labu ukur 1 l, larutkan dengan air bebas ion 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 air bebas ion 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 air bebas ion 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 air bebas ion 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 air bebas ion 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.

Cara kerja

Pipet ke dalam tabung reaksi masing-masing 2 ml contoh air dan deret standar. Tambahkan berturut-turut larutan sangga Sitrat dan Na-fenat masing-masing sebanyak 4 ml, kocok dan biarkan 10 menit. Tambahkan 4 ml NaOCl 5%, kocok dan diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 636 nm setelah 30 menit sejak pemberian pereaksi ini.

Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar NH}_4 \text{ (m.e. l}^{-1}\text{)} &= \text{ppm kurva/bst N x fp} \\ &= \text{ppm kurva/14 x fp} \end{aligned}$$

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

- Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (*Eds.*). 1998. Standard Methods for The Eximination of Water & Wastewater. 20 th edition, APHA AWWA WEF, Maryland, USA.
- 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.

Penetapan fosfat

Dasar Penetapan

Fosfat dalam air dapat diukur langsung secara kolorimetri dengan pewarnaan biru molibden pada panjang gelombang 693nm.

Peralatan

- Spektrofotometer
- Pipet otomatis 0,5 ml
- Pipet ukur 5 ml
- Pipet isi 5 ml
- Tabung kimia

Pereaksi

- Pereaksi P pekat
Larutkan 12,00 gram 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 0,2770 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 air bebas ion hingga 1 l, kocok.
- Pereaksi pewarna P pekat
Campurkan 0,530 g asam askorbat dan 50 ml pereaksi P pekat, kocok. Pereaksi P ini harus selalu dibuat baru.
- Standar pokok 1000 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 .

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 693 nm. Mula-mula ukur deret standar kemudian contoh.

Perhitungan

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

Keterangan:

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

fp = faktor pengenceran

bst PO₄ = 95/3

DAFTAR ACUAN

Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (*Eds.*). 1998. Standard Methods for The Examination of Water & Wastewater. 20 th edition, APHA AWWA WEF, Maryland, USA.

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.

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

Penetapan karbonat dan bikarbonat

Dasar penetapan

Karbonat dan bikarbonat dalam air dapat diukur langsung dengan cara titrasi menggunakan asam hingga pH tertentu.

Peralatan

- Piala gelas 100 ml
- pH meter
- Pengaduk magnet
- Buret otomatis

Pereaksi

- Standar asam klorida 1,000 N
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar induk HCl Titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1000 ml. Impitkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- Asam klorida 0,020 N
Pipet 20 ml HCl 1,000 N ke dalam labu ukur 1.000 ml. Encerkan dengan air bebas ion dan impitkan sampai tanda garis, kocok hingga homogen.

Cara kerja

Pipet 25,0 ml contoh 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).

Perhitungan

$$\begin{aligned}\text{CO}_3 \text{ (m.e/l)} &= 1.000 \text{ ml ml contoh}^{-1} \times 2a \times \text{N HCl.} \\ &= 1.000/25 \times 2a \times \text{N HCl.} \\ &= 40 \times 2a \times \text{N HCl.}\end{aligned}$$

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

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

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

Penetapan Klorida

Dasar penetapan

Klorida dalam air dapat ditetapkan langsung dengan cara argentometri.

Peralatan

- Buret dengan ketelitian 0,001 ml
- Erlenmeyer 100 ml
- Pipet 10 ml

Pereaksi

- AgNO₃ 0,100 N
Gunakan standar induk AgNO₃ titrisol. Atau timbang 16,98 g AgNO₃ p.a. larutkan dengan air bebas ion dalam labu ukur 1 l.
- AgNO₃ 0,010 N
Pipet 10 ml AgNO₃ 0,100 N dilarutkan dengan air bebas ion dalam labu ukur 100 ml
- Indikator kalium kromat 5%
Timbang 5 g kalium kromat ke dalam labu ukur 100 ml + 2 ml AgNO₃ 0,100N larutkan dengan air bebas ion sampai tanda garis, kocok lalu diamkan semalam. Saring simpan di wadah berwarna gelap.

Cara Kerja

Pipet 10,0 ml contoh dan tambahkan larutan penunjuk kalium kromat 5% sebanyak lebih kurang empat 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.

Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar khlorida dalam air (m.e l}^{-1}\text{)} \\ &= (\text{ml contoh} - \text{ml blk}) \times N \times 1.000 \text{ ml ml contoh}^{-1} \\ &= (\text{ml contoh} - \text{ml blk}) \times N \times 1.000/10 \\ &= (\text{ml contoh} - \text{ml blk}) \times N \times 100 \end{aligned}$$

Keterangan:

ml	=	volume titran (ml) yang diperlukan untuk penitiran
1000	=	faktor dari ml ke liter
10	=	volume contoh
N	=	normalitas AgNO ₃ (0,010 N)

DAFTAR ACUAN

- Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (*Eds.*). 1998. Standard Methods for The Eximination of Water & Wastewater. 20 th edition, APHA AWWA WEF, Maryland, USA.
- Menon, R. G, 1973. Soil and Water Analysis, A laboratory manual for the analysis of soil and water. FAO/UNDP Project.

Penetapan sulfat

Dasar penetapan

Sulfat dalam air dapat diukur langsung secara turbidimetri.

Peralatan

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

Pereaksi

- Standar pokok S 1.000 ppm
Gunakan standar S titrisol atau timbang 5,4349 g K₂SO₄ p.a. (telah dikeringkan 105 °C selama 4 jam) ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dan impitkan dengan H₂O hingga 1 l.
- Standar S 50 ppm
Pipet 5 ml standar S 1000 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 BaCl₂-Tween
Timbang 3,00 gram serbuk BaCl₂ p.a. ke dalam botol kocok 250 ml, tambahkan 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, tambahkan secara perlahan berturut-turut 250 ml CH₃COOH 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.

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 432 nm menggunakan deret standar sebagai pembanding. Setiap larutan dalam tabung diaduk perlahan sebelum diukur.

Perhitungan

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

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 S = bobot setara S (32/2)

DAFTAR ACUAN

- Menon, R. G. 1973. Soil and Water Analysis, A laboratory manual for the analysis of soil and water. FAO/UNDP Project.
 Sudjadi, M. dan I.M. Widjik. 1972. Metoda Analisa Air Irigasi, Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah Bogor
 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.

Penetapan nitrat

Dasar penetapan

Nitrat dalam air dapat diukur langsung dengan cara spektrofotometri.

Peralatan

- Spektrofotometer
- Tabung kimia
- Pipet isi 5 ml dan 10 ml
- Pipet ukur 5 ml

Pereaksi

- Larutan sangga NH₄OAc 1 M, pH 4,8
Timbang 77,00 gram serbuk NH₄-asetat p.a. 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 2,000 g brusin ke dalam labu ukur 100 ml dan tambahkan larutan sanga 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.

Cara kerja

Pipet 5,0 ml contoh air ke dalam tabung kimia. Ke dalam larutan deret standar dan contoh, sambil dikocok tambahkan 0,5 ml larutan brusin 2 % dan 5 ml larutan H_2SO_4 pekat, biarkan selama 1 jam (sampai dingin) kemudian ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 432 nm.

Perhitungan

$$\text{Kadar NO}_3 \text{ (m.e. l}^{-1}\text{)} = \text{ppm kurva/bst} \times \text{fp}$$

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

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

Penetapan boron

Dasar penetapan

Boron dalam air dapat diukur langsung dengan cara spektrofotometri menggunakan pereaksi azomethine.

Peralatan

- Spektrofotometer
- Tabung kimia
- Pipet isi 2 ml dan 10 ml
- Pipet ukur 5 ml
- Pipet otomatis 1 ml

Pereaksi

- Larutan standar 100 ppm B
Timbang 0,2859 g serbuk H₃BO₃ kering ke dalam labu ukur 500 ml dan larutkan 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 100,00 g NH₄-Asetat, 10,00 g EDTA-4Na (titriplex II) dan 4,00 g nitrilotriaceticacid (titriplex 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 0,230 g azomethine-H dan 0,500 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.

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.

Perhitungan

$$\text{Kadar B (mg l}^{-1}\text{)} = \text{ppm kurva} \times \text{fp}$$

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

- Clesceri, L. S., A.E. Greenberg and A. D. Eaton (*Eds.*). 1998. Standard Methods for The Examination of Water & Wastewater. 20 th edition, APHA AWWA WEF, Maryland, USA.
- 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.

ANALISIS PUPUK

ANALISIS PUPUK ANORGANIK

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.

Penetapan kadar air

Metode Karl Fischer

Untuk penetapan pupuk urea dan pupuk NPK.

Dasar penetapan

Bila air bereaksi dengan larutan pereaksi Karl Fischer, yaitu campuran dari iod, belerang dioksida, piridin dan metanol, maka bila elektrode platina dari alat aquatitratir terpolarisasi sedikit saja akan mendepolarisasi elektrode. Hal ini menyebabkan sejumlah besar arus akan mengalir ke mikrometer dan menunjukkan titik akhir titrasi.

Peralatan

- Aquatitratir atau aquameter
- Botol timbang
- Neraca analitik

Pereaksi

- Larutan Karl Fischer, larutan tunggal yang stabil dengan titar $5 \text{ mg H}_2\text{O ml}^{-1}$
- Metanol, dengan kadar air maks 0,1 %
- Air bebas ion

Cara kerja

Masukkan sejumlah metanol ke dalam botol reaksi aquatitratir hingga elektrode 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 aquatitratir 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

DAFTAR ACUAN

Horwitz, William (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.
SNI 02-2801-1998
SNI 02-2803-2000

Metode pengeringan pada 105 °C

Untuk penetapan pupuk (NH₄)₂ SO₄, pupuk NPK, fosfat alam, SP-36, DAP, MAP, dolomit/kaptan, kiserit, KCl, TSP+Zn dan UAP.

Dasar penetapan

Kadar air ditentukan dengan cara penguapan pada suhu 105 °C. Berat yang hilang merupakan jumlah air yang dikandung contoh pupuk.

Peralatan

- Botol timbang dari gelas, bertutup
- Oven pengering dengan suhu otomatis
- Desikator
- Neraca analitik 4 desimal

Cara kerja

Timbang dengan teliti 5,0000 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.

2.2.1 Perhitungan

Kadar air (%) = $(W - W1) \times 100/W$

Dimana:

W = bobot contoh asal dalam g

W1 = bobot contoh setelah dikeringkan dalam g

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

Horwitz, William (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.
SNI 02-0086-2005

Penetapan nitrogen

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

Penetapan N-urea (N-organik) dan N-NH₄

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).

Peralatan

- Neraca analitik 4 desimal
- Labu ukur /labu 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

Pereaksi

- H₂SO₄ pekat (95-97%, BJ. 1,84)
- Asam borat 1 %
Timbang 1,00 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 %
Larutkan 400,0 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.
- Indikator Conway
Larutkan 0,100 g merah metil (*metil red*) dan 0,150 g hijau bromkresol (*bromcresol green*) dengan 100 ml etanol 96 %.
- Batu didih
Buat dari batu apung yang dihaluskan.

Cara kerja

Timbang teliti 0,2500 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 tiga 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).

Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar N-urea (N-organik) + N-NH}_4 (\%) & \\ &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100 \text{ ml } 10 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100/10 \times 100/500 \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk} \end{aligned}$$

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

Page, A.L., Miller R.H., and Keeney D.R. (Eds.). 1982. Methods of Soil Analysis, Part 2 - Chemical and microbiological properties, 2nd Edition. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.
SNI 02-2811-2005.

Penetapan N-NH₄ dan N-NO₃

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.

Peralatan

- Neraca analitik 4 desimal
- Labu takar 100 ml
- Mesin kocok dengan kecepatan 250 goyangan menit⁻¹
- Alat destilasi
- Labu didih 250 ml
- Buret digital atau buret mikro (3 desimal)
- Pipet volume 10 ml
- Erlenmeyer 100 ml

Pereaksi

- 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 liter. Encerkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Indikator Conway
Larutkan 0,100 g merah metil (*metil red*) dan 0,150 g hijau bromkresol (*bromcresol green*) dengan 100 ml etanol 96 %.
- Logam devarda (*devarda alloy*)
- Batu didih
Buat dari batu apung yang dihaluskan.

Cara kerja

Timbang teliti 0,5000 g contoh pupuk 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⁻¹. 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 H₂SO₄ 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-NH₄ 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 destilat 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 H₂SO₄ 0,050 N seperti penetapan N-NH₄.

Perhitungan

Kadar N-NH₄ (%)

$$\begin{aligned}
 &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100 \text{ ml } 10 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100/10 \times 100/500 \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Kadar N-NO₃ (%)

$$\begin{aligned}
 &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100 \text{ ml } 10 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100/10 \times 100/500 \times \text{fk} \\
 &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Keterangan :

- V_{c, b} = ml titar contoh dan blanko
- N = normalitas larutan baku H₂SO₄ (0,050)
- 14 = bobot setara nitrogen
- 100 = konversi ke %
- fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 – % kadar air)

DAFTAR ACUAN

Page, A.L., R.H. Miller, and D.R. Keeney (Eds.). 1982. Methods of Soil Analysis, Part 2- Chemical and microbiological properties, 2nd Edition. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.
SNI 02-2811-2005.

Kadar nitrogen dalam urea

Prinsip

Nitrogen dalam urea dihidrolisis dengan asam sulfat. NH_4 yang terbentuk didestilasi dengan penambahan alkali (suasana basa). Destilat ditampung dalam asam borat yang telah dibubuhi indikator Conway, kemudian dititrasi dengan larutan baku asam sulfat.

Peralatan

- Labu ukur 100 ml
- Erlenmeyer 100 ml
- Alat destilasi
- Buret digital 3 desimal
- Hot plate (pemanas 0 – 350⁰C)
- Neraca analitik 4 desimal
- Dispenser 0 – 10 ml

Pereaksi

- H_2SO_4 pekat (95-97%, BJ. 1,84)
- Campuran selen/katalis
- Larutan asam borat 1%
Timbang 1 g asam borat larutkan 100 ml H_2O .
- Larutan NaOH 40 %
Larutkan 400 g NaOH dalam piala gelas dengan air bebas ion 600 ml, setelah dingin diencerkan menjadi 1 l.
- Larutan H_2SO_4 0,050 N (titrisol)
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.
- Indikator Conway
Larutkan 0,100 g merah metil (*metil red*) dan 0,150 g hijau bromkresol (*bromcresol green*) dengan 100 ml etanol 96 %.
- Batu didih
Buat dari batu apung yang dihaluskan.

Cara kerja

Timbang teliti 0,2500 g contoh urea ke dalam labu ukur. Dengan dispenser tambahkan 2,5 ml H_2SO_4 pekat ditambahkan campuran selen/katalis, 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).

Perhitungan

$$\begin{aligned}\text{Kadar N (\%)} &= (V_c - V_b) \times N \times \text{bst N} \times 100 \text{ ml } 10 \text{ ml}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 14 \times 100/10 \times 100/500 \times \text{fk} \\ &= (V_c - V_b) \times N \times 28 \times \text{fk}\end{aligned}$$

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

Page, A.L., R.H. Miller, and D.R. Keeney (*Eds.*). 1982. *Methods of Soil Analysis, Part 2- Chemical and microbiological properties*, 2nd Edition. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.
SNI 02-2801-1998.

Penetapan biuret

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.

Peralatan

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

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 kedalam 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 105⁰C. 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 liter (sebelum ditimbang dikeringkan lebih dahulu pada suhu 105⁰C 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; 25 ml 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.

Cara kerja

Timbang teliti 10,0000 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 kedalam 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)

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

fk = faktor kalibrasi pereaksi (mg)

fp = faktor pengenceran

W = berat contoh (mg)

DAFTAR ACUAN

SNI 02-2801-1998.

Penetapan P_2O_5 dan K_2O total

Dasar penetapan

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.

Peralatan

- 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

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 l.
- 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 $NH_4 Mo_7 O_{24} \cdot 4H_2O$ 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 (satu bagian Pereaksi I + satu 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 2.000 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 1000 ppm K (titrisol)
- Standar 200 ppm K
Pipet 20 ml dari standar induk 1000 ppm K ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 1ml HCl 25 % 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.

Cara kerja

Timbang teliti 0,2500 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.

Perhitungan

$$\begin{aligned}
 &\text{Kadar } \text{P}_2\text{O}_5\text{-total (\%)} \\
 &= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak } 1.000 \text{ ml}^{-1}) \times (100 \text{ mg contoh}^{-1}) \times \text{fp} \times (142/90) \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times 142/90 \times \text{fk} \\
 &= \text{ppm kurva} \times 0,04 \times 142/190 \times \text{fk}
 \end{aligned}$$

Kadar K₂O-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 – % kadar air)

fp = faktor pengenceran (10 untuk K, 1 untuk P)

142/190 = faktor konversi bentuk PO₄ menjadi P₂O₅

94/78 = faktor konversi bentuk K menjadi K₂O

DAFTAR ACUAN

Horwitz, William. (Ed.). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.
SNI 02-3776-2005.

Kadar P₂O₅ dan K₂O larut dalam asam sitrat 2%

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.

Peralatan

- Neraca analitik 4 desimal
- Labu takar volume 100 ml
- Mesin kocok dengan kecepatan 250 goyangan menit⁻¹
- Dispenser 10 ml pipet⁻¹ 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

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 $\text{NH}_4 \text{Mo}_7 \text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 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 (satu bagian Pereaksi I + satu 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 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 1000 ppm K (titrisol)
- Standar 200 ppm K
Pipet 20 ml dari standar induk 1.000 ppm K kedalam 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.

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⁻¹. 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.

Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar P}_2\text{O}_5 \text{ asam sitrat 2 \% (\%)} &= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak } 1.000 \text{ ml}^{-1}) \times (100 \text{ mg contoh}^{-1}) \times \text{fp} \times (142/90) \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times 142/90 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,04 \times 142/190 \times \text{fk} \end{aligned}$$

$$\text{Kadar K}_2\text{O asam sitrat 2 \% (\%)} = \text{ppm kurva} \times 0,4 \times 94/78 \times \text{fk}$$

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 (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

Horwitz, William. (Ed.). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.

SNI 02-3776-2005.

SNI 02-3769-2005.

Kadar P_2O_5 dan K_2O larut dalam air

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.

Peralatan

- Neraca analitik 4 desimal
- Labu takar volume 100 ml
- Mesin kocok dengan kecepatan 250 goyangan menit⁻¹
- Dispenser 10 ml pipet⁻¹ 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

Pereaksi

- Air bebas ion yang bebas CO_2
Air bebas ion dididihkan dan dinginkan sebelum digunakan untuk membuat pereaksi dalam penetapan ini.

- HNO₃ pa. 67%
- Pereaksi I (amonium molibdat 1%)
Timbang 10 g NH₄ Mo₇ O₂₄ · 4H₂O dalam 1.000 ml air bebas ion.
- Pereaksi II (amonium vanadat 0,5%)
Timbang 0,5 g NH₄VO₃ + 70 ml HNO₃ p.a. dalam 1.000 ml air bebas ion yang telah dididihkan dahulu.
- Pereaksi campuran (satu bagian Pereaksi I + satu 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), masukkan 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 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 1000 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.

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⁻¹. 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 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.

Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar P}_2\text{O}_5 \text{ larut dalam air (\%)} &= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak } 1.000 \text{ ml}^{-1}) \times (100 \text{ mg contoh}^{-1}) \times \text{fp} \times (142/90) \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times 142/90 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,04 \times 142/190 \times \text{fk} \end{aligned}$$

$$\text{Kadar K}_2\text{O larut dalam air (\%)} = \text{ppm kurva} \times 0,4 \times 94/78 \times \text{fk}$$

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 (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

Horwitz, William (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.

SNI 02-3776-2005.

SNI 02-3769-2005.

SNI 02-0086-2005.

Pengukuran Fe, Al, Ca, dan Mg-total

Dasar penetapan

Besi, aluminium, kalsium dan magnesium diukur dengan spektro serapan atom dari ekstrak jernih hasil destruksi basah dengan asam mineral.

Peralatan

- 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
- AAS

Pereaksi

- HCl 25% (HCl pa. 37%, Bj. 1,19)
- 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.
- Standar induk Fe, Al, Ca dan Mg masing-masing 1.000 ppm
Gunakan larutan standar titrisol.

- Standar 100 ppm Fe
Pipet 10 ml larutan standar induk Fe 1.000 ppm ke dalam labu ukur 100 ml.
Tambahkan air bebas ion hingga 100 ml.
- Standar campur Fe (10 ppm) dan Al (100 ppm)
Pipet masing-masing:
10,0 ml standar 100 ppm Fe
10,0 ml standar induk 1.000 ppm Al
Campurkan dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 25 % dan impitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campuran Fe dan Al dengan kepekatan:
0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ppm Fe
0; 10; 20; 40; 60; 80; dan 100 ppm Al
Pipet standar campur Fe (10 ppm) dan Al (100 ppm) sebanyak:
0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml, tambahkan standar 0 hingga volume masing-masing menjadi 10 ml.
- Standar campur 250 ppm Ca, dan 50 ppm Mg.
Pipet masing-masing:
25,0 ml standar pokok 1000 ppm Ca
5,0 ml standar pokok 1000 ppm Mg
Campurkan dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml HCl 25 %, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml. kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Standar campuran 25 ppm Ca dan 5 ppm Mg.
Pipet 10 ml standar campur 250 ppm Ca dan 50 ppm Mg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan air bebas ion hingga tepat 100 ml.
- Deret standar campuran Ca dan Mg dengan kepekatan:
0; 2,5; 5; 10; 15; 20; dan 25 ppm Ca
0; 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm Mg
Pipet standar campur Ca (25 ppm) dan Mg (5 ppm) sebanyak:
0; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 ml, tambahkan standar 0 yang sudah diencerkan 10 x hingga volume masing-masing menjadi 10 ml.

Cara kerja

Timbang teliti 0,2500 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 Fe dan Al

Pipet 1 ml ekstrak total ke dalam tabung kimia. Tambahkan 9 ml air bebas ion (dilutor), kocok sampai homogen dengan *vortex*. Ukur dengan AAS menggunakan deret standar campuran Fe (0-10 ppm) dan Al (0-100 ppm) sebagai pembanding.

Pengukuran Ca dan Mg

Pipet 1 ml ekstrak total ke dalam tabung kimia, tambahkan 9 ml air bebas ion. Tambahkan 1 ml larutan LaCl_3 25.000 ppm masing-masing ke dalam 10 ml ekstrak encer dan deret standar campuran Ca (0-25 ppm) dan Mg (0-5 ppm), kocok sampai homogen (*vortex*). Ukur dengan AAS.

Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{Kadar Fe}_2\text{O}_3, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{CaO dan MgO (\%)} \\ &= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak } 1.000 \text{ ml}^{-1}) \times (100 \text{ mg contoh}^{-1}) \times \text{fp} \times (\text{B/A}) \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times \text{fp} \times \text{B/A} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,04 \times \text{fp} \times \text{B/A} \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

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

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

fp = faktor pengenceran (10 untuk Ca dan Mg, 1 untuk Fe dan Al)

B = berat molekul senyawa oksida logam

$\text{Fe}_2\text{O}_3 = 160$ $\text{Al}_2\text{O}_3 = 102$ $\text{CaO} = 56$ $\text{MgO} = 40,3$

A = berat atom logam dalam senyawa oksida

$\text{Fe} = 112$ $\text{Al} = 54$ $\text{Ca} = 40$ $\text{Mg} = 24,3$

DAFTAR ACUAN

Horwitz, William (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.

SNI 13-4704-1995.

SNI 19-7030-2004.

Penetapan besar butir/kehalusan

Dasar penetapan

Besar butir/kehalusan ditetapkan dengan cara penimbangan contoh yang lolos ayak pada ukuran lubang tertentu.

Peralatan

- Neraca analitik
- Ayakan Mesh No. 25. dan No. 80

Cara kerja

Timbang teliti 25,000 g contoh asli. Masukkan 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.

Perhitungan

$$\text{Lolos ayakan mesh No.25} = \frac{W - W_1}{W} \times 100 \%$$

$$\text{Lolos ayakan mesh No. 80} = \frac{W - (W_1 + W_2)}{W} \times 100 \%$$

Keterangan:

W = berat contoh

W1 = berat contoh yang tidak lolos No. 25

W2 = berat contoh yang tidak lolos No. 80

DAFTAR ACUAN

SNI 02-3776-2005.
SNI 02-2858-2005.

Penetapan asam bebas

Dasar penetapan

Keasaman bebas dapat ditentukan dengan cara titrasi langsung dengan larutan NaOH 0,10 N dengan indikator campuran.

Peralatan

- Buret digital 3 desimal
- Erlenmeyer 250 ml
- Neraca analitik 4 desimal

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.

Cara kerja

Timbang teliti 10,000 g contoh pupuk ke dalam erlenmeyer kemudian larutkan dengan 100 ml air netral, bila perlu disaring. Dititar dengan larutan NaOH 0,10 N sampai timbul warna netral (abu-abu)

Perhitungan

Kadar asam bebas dihitung sebagai H₂SO₄ (%) = $49 \times V \times N \times 100 / W \times fk^*$

Keterangan:

V = banyaknya NaOH 0,10 N dalam ml

N = normalitas NaOH (0,10)

W = berat contoh dalam mg

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

* Untuk pupuk fosfat, kadar asam bebas dihitung sebagai asam fosfat

DAFTAR ACUAN

SNI 02-2809-2005.
SNI 02-0086-2005.

Penetapan belerang

Dasar penetapan

Belerang dalam bentuk sulfat diukur dengan spektrofotometer berdasarkan metode turbidimetri pada panjang gelombang 432 nm.

Peralatan

- Neraca analitik 4 desimal
- Labu takar volume 100 ml
- Dispenser 10 ml
- Dilutor
- Pipet 1 ml
- Hot plate 0 – 350 °C
- Spektrofotometer *visible*

Pereaksi

- HCl 4 N.
HCl pekat 37 %, Bj 1,19 (12 N) diencerkan tiga kali
- HCl 0,04 N
Encerkan HCl 4 N sebanyak 10 x
- Larutan BaCl₂ –Tween-80,
Timbang 3,00 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 campur
Campurkan 125 ml asam asetat glasial p.a. (97-100%), 50 ml HCl p.a. pekat (37 %) dan 50 ml asam fosfat pa, semuanya dijadikan 2,5 l dengan air bebas ion.
- Standar induk 1000 ppm S
Timbang 5.4354 g K₂SO₄ ke dalam labu ukur 1 l. Larutkan dengan air bebas ion hingga 1 l.
- Standar 100 ppm S
Pipet 10 ml standar induk 1000 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.

Cara kerja

Timbang teliti 0,2500 g contoh pupuk kedalam 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 432 nm dengan deret standar S sebagai pembanding.

Perhitungan

$$\begin{aligned}\text{Kadar S (\%)} &= \text{ppm kurva} \times (\text{ml ekstrak } 1.000 \text{ ml}^{-1}) \times (100 \text{ mg contoh}^{-1}) \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 100/1.000 \times 100/250 \times 10 \times \text{fk} \\ &= \text{ppm kurva} \times 0,4 \times \text{fk}\end{aligned}$$

Keterangan:

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

DAFTAR ACUAN

Horwitz, William (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.
SNI 02-2809-2005.
SNI 02-1760-2005.

Penetapan silikat

Dasar penetapan

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

Peralatan

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

Pereaksi

- Larutan HCl (1 : 1)
Campurkan 1 bagian HCl pekat dengan satu bagian air bebas ion.
- HF pekat
- H₂SO₄ pekat

Cara kerja

Timbang teliti 1,0000 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. Masukkan endapan dan kertas saring tersebut ke dalam cawan platina yang telah diketahui beratnya, pijarkan dalam tanur pada 1.000 °C selama 15 menit. Dinginkan dalam desikator dan timbang (W1). Selanjutnya abu ditetesi beberapa tetes HF dan 1 tetes 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).

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

Horwitz, William (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.

SNI 02-2804-1992.

SNI 13-4704-1995.

Penetapan setara CaCO₃

Dasar penetapan

Setara CaCO₃ ditetapkan secara titrasi asam-basa, contoh dilarutkan dalam larutan standar HCl berlebih dan kelebihan asam dititrasi dengan larutan standar basa.

Peralatan

- Neraca analitik
- Labu takar volume 100 ml
- Erlenmeyer volume 50 ml
- Pipet volume 50 ml
- Titrator/buret mikro 25 ml
- Pemanas listrik/*hot plate*

Pereaksi

- Larutan HCl 0,50 N
Buat dari titrisol HCl 2 N
- Larutan NaOH 0,25 N
Buat dari titrisol NaOH 2 N
- Indikator PP
Timbang 0,100 g PP dalam 100 ml ethanol 96 %.

Cara kerja

Timbang dengan teliti 0,5000 g contoh pupuk ke dalam labu takar volume 100 ml. Tambahkan 50 ml larutan HCl 0,50 N dengan pipet volume 50 ml. Untuk penetapan

blanko, pipet 50 ml larutan HCl 0,50 N ke dalam labu takar volume 50 ml yang lainnya. Panaskan pada pemanas listrik/*hot plate*, baik contoh maupun blanko (10 menit mendidih). Dinginkan, encerkan dengan air bebas ion hingga tanda tera 100 ml, kocok bolak-balik hingga homogen. Pipet 10 ml ekstrak contoh maupun blanko ke dalam masing-masing erlenmeyer volume 50 ml. Tambahkan masing-masing tiga tetes indikator PP dan akhirnya dititrasi dengan larutan NaOH 0,25 N (sampai berwarna merah jambu muda), dicatat masing-masing ml titran untuk contoh (V_c) dan blanko (V_b).

Perhitungan

$$N \text{ NaOH} = 10 \times 0,25 / V_b$$

Keterangan:

- 10 = volume larutan standar HCl yang dipipet (ml)
- 0,25 = N dari HCl yang telah diencerkan 2 x
- V_b = banyaknya titran NaOH dari blanko
- N = normalitas NaOH yang dicari

Setara CaCO_3 (%)

$$\begin{aligned} &= (V_b - V_c) \times N \text{ NaOH} \times 50 \times \text{ml ekstrak} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk} \\ &= (V_b - V_c) \times N \text{ NaOH} \times 50 \times 100 / 10 \times 100 / 500 \times \text{fk} \\ &= (V_b - V_c) \times N \text{ NaOH} \times 100 \times \text{fk} \end{aligned}$$

Keterangan:

- V_b = banyaknya titran untuk penitrasi blanko (ml)
- V_c = banyaknya titran untuk penitrasi contoh (ml)
- 50 = berat setara CaCO_3
- 100 = faktor konversi ke %
- fk = faktor koreksi kadar air = $100 / (100 - \% \text{ kadar air})$

DAFTAR ACUAN

SNI 13-4704-1995.

Penetapan khlor

Dasar penetapan

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.

Peralatan

- Neraca analitik
- Labu takar volume 100 ml/botol kocok 100 ml
- Mesin kocok dengan kecepatan 250 goyangan menit⁻¹
- Corong penyaring dan kertas saring W-41
- Pipet volume 10 ml
- Erlenmeyer 50 ml
- Titrator/buret 10 ml

Pereaksi

- Larutan AgNO₃ 0,01 N
Timbang 1,6985 g AgNO₃ dalam labu ukur 1000 ml, impitkan hingga tanda garis dengan air bebas ion.
- Larutan indikator K₂CrO₄ 5 %
Timbang 5,000 g K₂CrO₄ dalam labu ukur 100 ml, impitkan hingga tanda garis dengan air bebas ion.

Cara kerja

Timbang teliti 1,0000 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⁻¹. 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 K₂CrO₄ 5 %. Titar dengan larutan AgNO₃ 0,01 N hingga titik akhir 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).

Perhitungan

Kadar Cl (%)

$$= (V_b - V_c) \times N \times 35,5 \times \text{ml ekstrak ml ekstrak dipipet}^{-1} \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk}$$

$$= (V_b - V_c) \times N \times 35,5 \times 100/10 \times 100/1.000 \times \text{fk}$$

$$= (V_b - V_c) \times N \times 35,5 \times \text{fk}$$

Keterangan:

V_b = banyaknya titran untuk penitaran blanko (ml)

V_c = banyaknya titran untuk penitaran contoh (ml)

N = normalitas larutan AgNO₃

35,5 = berat setara Cl

100 = faktor konversi ke %

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

DAFTAR ACUAN

SNI 02-2810-2005.

SNI 02-6681-2005.

ANALISIS PUPUK ORGANIK

Persiapan contoh dan kadar bahan ikutan

Dasar penetapan

Contoh pupuk organik diaduk hingga homogen dan diayak dengan ayakan 2 mm. Bahan yang tidak lolos ayakan merupakan bahan ikutan (plastik, kaca, kerikil dan lain-lain) dipisahkan dan ditimbang. Semua analisis menggunakan contoh pupuk yang lolos ayakan 2 mm (contoh halus) kecuali kadar air contoh asal dan kadar bahan ikutan.

Peralatan

- Neraca analitik
- Gelas piala volume 500 ml
- Botol plastik isi 250 ml bertutup

Cara kerja

Timbang teliti 100,00 g contoh pupuk asal ke dalam piala. Masukkan 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. Masukkan contoh pupuk halus ke dalam botol plastik ini dan tutup dengan rapat untuk analisis selanjutnya.

Perhitungan

$$\text{Kadar bahan ikutan (\%)} = W1 / W \times 100 \%$$

Keterangan:

W = bobot contoh asal dalam g

W1 = bobot bahan tidak lolos ayakan 2 mm dalam g

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

DAFTAR ACUAN

- Horwitz, William (Ed.). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.
- SNI 19-7030-2004.

Penetapan kadar air

Dasar penetapan

Air dalam contoh pupuk diuapkan dengan cara pengeringan oven pada suhu 105°C selama semalam (16 jam).

Peralatan

- Neraca analitik
- Botol timbang

- Oven listrik
- Desikator

Cara kerja

Timbang teliti masing-masing 10,000 g contoh pupuk asal dan 5,000 g pupuk halus (<2 mm) ke dalam cawan porselin bertutup yang sudah diketahui bobotnya. Masukkan 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).

Perhitungan

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

Dimana:

W = bobot contoh asal dalam gram

W1 = bobot contoh setelah dikeringkan dalam gram

100 = faktor konversi ke %

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

(dihitung dari kadar air contoh pupuk halus dan digunakan sebagai faktor koreksi dalam perhitungan hasil analisis selain kadar air dan bahan ikutan).

DAFTAR ACUAN

Horwitz, William (Ed.). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.
SNI 19-7030-2004

Penetapan pH

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. 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 (elektroda kombinasi).

Peralatan

- Botol kocok 100 ml
- Dispenser 50 ml gelas ukur⁻¹
- Mesin kocok
- Labu semprot 500 ml
- pH meter

Pereaksi

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

Cara kerja

Timbang 10,00 g contoh pupuk halus, masukan ke dalam botol kocok, ditambah 50 ml air bebas ion. Kocok 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

Horwitz, William (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.
SNI 19-7030-2004.

Penetapan kadar abu

Dasar penetapan

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.

Peralatan

- Cawan porselen
- Eksikator
- Neraca
- Tanur/*furnace*

Cara kerja

- Contoh bekas penetapan kadar air atau timbang dengan teliti 5,0000 g contoh di dalam cawan porselen 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 dan timbang.

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 g

W = berat contoh dalam g

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

Horwitz, William (Ed.). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.

Kadar N total

Dasar penetapan

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.

Peralatan

- Neraca analitik
- *Digestion apparatus* (pemanas listrik/ *block digester* Kjeldahl therm)
- Unit destilator/labu Kjeldahl
- Titrator/buret
- Dispenser
- Erlenmeyer vol. 100 ml
- Dispenser

Pereaksi

- H₂SO₄ pa. 98%
- Larutan baku H₂SO₄ 0,05 N
Pipet 25 ml standar titrisol H₂SO₄ 1 N dalam labu ukur 500 ml, impitkan hingga tanda tera dengan air bebas ion.
- Asam borat 1 %
Timbang 10,00 g asam borat dalam 1000 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 40,00 g NaOH dalam labu ukur 100 ml, impitkan hingga tanda tera dengan air bebas ion.

Cara kerja

Penetapan N-organik dan N-NH₄

Timbang teliti 0,2500g contoh yang telah dihaluskan ke dalam labu Kjeldahl/ tabung digester. Tambahkan 0,25 – 0,50 g selenium mixture dan 3 ml H₂SO₄ 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 akudes 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 H₂SO₄ 0,05 N, hingga titik akhir (warna larutan berubah dari hijau menjadi merah jambu muda) = A ml, penetapan blanko dikerjakan = A1 ml.

Penetapan N- NH₄

Timbang teliti 1,0000 g contoh halus 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 tiga 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 H₂SO₄ 0,05 N, hingga titik akhir (warna larutan berubah dari hijau menjadi merah jambu muda) = B ml, blanko = B1 ml.

Penetapan N-NO₃

Bekas penetapan di atas (N-NH₄) 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 tiga 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 H₂SO₄ 0,05 N, hingga titik akhir (warna larutan berubah dari hijau menjadi merah jambu muda) = C ml, blanko = C1 ml.

Perhitungan

N-organik dan N-NH₄

$$\text{Kadar N (\%)} = (A \text{ ml} - A1 \text{ ml}) \times 0,05 \times 14 \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk}$$

N-NH₄

$$\text{Kadar N-NH}_4 \text{ (\%)} = (B \text{ ml} - B1 \text{ ml}) \times 0,05 \times 14 \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk}$$

N-NO₃

$$\text{Kadar N-NO}_3 \text{ (\%)} = (C \text{ ml} - C1 \text{ ml}) \times 0,05 \times 14 \times 100 \text{ mg contoh}^{-1} \times \text{fk}$$

Keterangan:

A ml = ml titran untuk contoh (N-org + N-NH₄)

A1 ml = ml titran untuk blanko (N-org + N-NH₄)

B ml = ml titran untuk contoh (N-NH₄)

B1 ml = ml titran untuk blanko (N-NH₄)

C ml = ml titran untuk contoh (N-NO₃)

C1 ml = ml titran untuk blanko (N-NO₃)

14 = bobot setara N

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

Kadar N- organik (%) = (kadar N-organik dan N-NH₄) - kadar N-NH₄

Kadar N-total (%) = kadar N-organik + N-NH₄ + N-NO₃

Daftar acuan

Page, A.L., R.H. Miller, and D.R. Keeney (Eds.). 1982. Methods of Soil Analysis, Part 2- Chemical and microbiological properties, 2nd Edition. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.
SNI 19-7030-2004.

Kadar C-organik (Walkley & Black)

Dasar penetapan

Karbon organik dalam contoh dioksidasi oleh dikromat dalam suasana asam. Krom III yang terbentuk setara dengan C-organik yang teroksidasi dan diukur secara spektrometri.

Peralatan

- Neraca analitik
- Labu takar volume 100 ml
- Dispenser skala 10 ml/pipet ukur 10 ml
- Pipet volume 5 ml
- Spektrofotometer *visibel*

Pereaksi

- H₂SO₄ pa. 98%, BJ 1,84
- K₂Cr₂O₇ 2 N
Timbang 98,1 g K₂Cr₂O₇ + 100 ml H₂SO₄ pa dalam 1.000 ml air bebas ion
- Larutan standar 5.000 ppm C
Timbang 12,5 g glukosa dalam 1.000 ml air bebas ion

Cara kerja

Timbang teliti 0,0500 – 0,1000 g contoh pupuk yang telah dihaluskan ke dalam labu takar volume 100 ml. Tambahkan berturut-turut 5 ml larutan K₂Cr₂O₇ 2 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 kedalam labu takar volume 100 ml, tambahkan 5 ml H₂SO₄ dan 7 ml larutan K₂Cr₂O₇ 2 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 651 nm.

Perhitungan

Kadar C-organik (%) = ppm kurva x100/ mg contoh x fk

Keterangan:

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

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

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

DAFTAR ACUAN

Horwitz, William (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.
SNI 19-7030-2004.

Penetapan P, K, Na, Ca, Mg, S, Fe, Al, Mn, Cu, Zn, dan B-total

Dasar penetapan

Contoh dioksidasi basah dengan HNO₃ dan HClO₄. Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur P, S dan B secara spektrophotometri; K dan Na diukur dengan flamefotometer/spektrometer serapan atom; sedangkan Ca, Mg, Fe, Al, Mn, Cu, dan Zn diukur dengan spektrometer serapan atom.

Peralatan

- 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
- Spektrophotometer *visible*
- Spektrometer serapan atom
- Flamefotometer

Pereaksi

- HNO₃ pa 65 %
- HClO₄ 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 PO₄, 500 ppm S dan 100 ppm B dalam air bebas ion.
- Larutan LaCl₃ 25.000 ppm (67 g LaCl₃ + 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 sebaai berikut:
 - 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 sebagai berikut:

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 sebagai berikut:

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 lima kali 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).

Cara kerja

Timbang teliti 0,5000 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 ditepatkan 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 P

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 693 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 AAS 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 432 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 432 nm.

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

Unsur mikro dari ekstrak A di atas diukur langsung dengan AAS, hasilnya dibandingkan dengan deret standar campuran II (biasanya Fe dalam ekstrak A perlu diencerkan sampai 10 x).

Perhitungan

Kadar K/Na (%) = ppm kurva x ml ekstrak 1.000 ml^{-1} x 100 mg contoh⁻¹ x fp x fk
Kadar P (%) = ppm kurva x ml ekstrak 1.000 ml^{-1} x 100 mg contoh⁻¹ x fp x 31/95 x fk
Kadar Ca/Mg (%) = ppm kurva x ml ekstrak 1000 ml^{-1} x 100 mg contoh⁻¹ x fp x fk
Kadar unsur mikro (Fe, Mn, Al, Cu dan Zn) (ppm) = ppm kurva x ml ekstrak 1000 ml^{-1} x 100 mg contoh⁻¹ 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 = $100/(100 - \% \text{ kadar air})$
100 = faktor konversi ke %
31 = bobot atom P
95 = bobot molekul PO_4

DAFTAR ACUAN

Horwitz, William (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.
SNI 19-7030-2004.

Penetapan total logam berat (Pb, Cd, Co, Cr, Ni, As, Sn, Ag, Se, Mo)

Dasar penetapan

Contoh dioksidasi basah dengan HNO₃ dan HClO₄. Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur logam berat dengan spektrometer serapan atom.

Peralatan

- 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

Pereaksi

- HNO₃ pekat (65 %) p.a.
- HClO₄ pekat (60 %) p.a.
- Standard 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 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 1000 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 1000 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 standar 50 ppm Sn kedalam tabung reaksi, kemudian tambahkan masing-masing 10; 9; 8; 6; 4; 2; dan 0 ml standar 0, kocok

Cara kerja

Timbang teliti 1,0000 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 dinaikkan 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 diatas diukur langsung dengan AAS dengan deret standar sebagai pembanding.

Perhitungan

Kadar unsur logam berat (ppm)

$$= \text{ppm kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 1000 \text{ g g contoh}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

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

DAFTAR ACUAN

Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (*Eds.*). 1998. Standard Methods for The Eximination of Water & Wastewater. 20 th edition, APHA AWWA WEF, Maryland, USA.

Horwitz, William (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.

SNI 19-7030-2004.

Kadar Logam berat Hg dan As dengan SSA Sistem Hidrida

Dasar penetapan

Metode generasi uap meningkatkan kepekaan teknik spektrometer serapan atom untuk Hg dan logam-logam yang membentuk hidrida (As, Bi, Sb, Se, Sn, dan Te). Metode NaBH_4 mereaksikan unsur analit dalam larutan asam dengan natrium borohidrida membentuk gas hidrida. Uap hidrida dibawa oleh aliran gas inert (nitrogen atau argon) ke dalam tabung kuarsa yang dipanaskan sehingga terjadi dekomposisi. Sinar dari lampu katode yang diabsorpsi oleh atom analit ditetapkan seperti cara SSA yang biasa. Untuk raksa (Hg), reaksinya dengan NaBH_4 dalam suasana asam langsung membentuk uap atom Hg, sehingga tidak perlu nyala (teknik uap dingin).

Peralatan

- Neraca analitik
- Vortex mixer
- Spektrometer serapan atom
- Generator hidrida
- Tabung reaksi 20 ml
- Erlenmeyer 100 ml
- Pipet 1-10 ml

Pereaksi

- HNO_3 pekat (65 %) p.a.
- HClO_4 pekat (60 %) p.a.
- Air bebas ion dua kali demineralisasi atau destilasi
- Larutan natrium borohidrida, NaBH_4
Larutkan 3,00 g NaBH_4 dan 3,00 g NaOH dengan dalam labu ukur 500 ml dengan air bebas ion, encerkan dan impitkan hingga tanda garis kemudian saring ke dalam botol pereaksi borohidrida. Larutan ini harus selalu segar.
- Larutan KMnO_4 5%
Larutkan 50,00 g KMnO_4 dalam labu ukur 1 l dengan air bebas ion, encerkan dan impitkan hingga tanda garis.
- Larutan kalium persulfat 5%
Larutkan 50,00 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ dalam labu ukur 1 l dengan air bebas ion, encerkan dan impitkan hingga tanda garis.
- Larutan natrium klorida hidroksilamin sulfat
Larutkan 120,00 g NaCl dan 120 g $(\text{NH}_2\text{OH})_2\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ dalam labu ukur 1 liter dengan air bebas ion, encerkan dan impitkan hingga tanda garis.
- Larutan natrium iodida atau kalium iodida 10%
Larutkan 50,00 g NaI (KI) dalam labu ukur 500 ml dengan air bebas ion, encerkan dan impitkan hingga tanda garis. Biarkan paling sedikit 1 jam sebelum digunakan. Larutan harus selalu baru.
- Standar 0 (larutan HClO_4 10 %)
Dipipet 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 Hg (titrisol)

- Standar pokok 1.000 ppm As (titrisol)
Pindahkan secara kuantitatif larutan standar logam berat titrisol di dalam ampul ke dalam labu ukur 1.000 ml. Impitkan dengan bebas ion sampai dengan tanda garis, kocok.
- 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; 30; 40; dan 50 ppb
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 3; 4; dan 5 ml standar 1 ppm Hg ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis. Larutan standar harus selalu segar.
- Standar 1 ppm As:
Pipet 1 ml standard pokok As ke dalam labu ukur 1.000 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis.
- Deret Standar As: 0; 10; 20; 30; 40; dan 50 ppb
Pipet masing-masing 0; 1; 2; 3; 4; dan 5 ml standar 1 ppm As ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian diimpitkan dengan standar 0 hingga tanda garis. Larutan standar harus selalu baru.

Cara kerja

Timbang teliti 1,0000 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 dinaikkan 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 Hg secara uap dingin

Pipet masing-masing 10 ml deret standar Hg, contoh dan blanko ke dalam erlenmeyer 100 ml. Tambahkan 15 ml KMnO₄ 5%, biarkan paling sedikit 15 menit. Tambahkan 8 ml K₂S₂O₈ 5% dan panaskan selama 2 jam dalam penangas air pada suhu 95 °C. Dinginkan pada suhu ruang dan tambah 6 ml larutan NaCl-hidroksilamin sulfat untuk menghilangkan kelebihan KMnO₄. Ukur larutan deret standar, ekstrak contoh dan blanko menggunakan SSA sistem hidrida teknik uap dingin.

Pengukuran unsur logam berat As

Pipet masing-masing 10 ml deret standar As, contoh dan blanko ke dalam erlenmeyer 100 ml. Tambahkan 5 ml NaI 10%, aduk dan biarkan paling sedikit 30 menit. Ukur larutan deret standar, ekstrak contoh dan blanko menggunakan SSA sistem hidrida.

Perhitungan

Kadar logam berat (ppb)

$$= \text{ppb kurva} \times \text{ml ekstrak} \times 1.000 \text{ ml}^{-1} \times 1000 \text{ g contoh}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

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

Clesceri, L. S., A.E. Greenberg and A. D. Eaton (*Eds.*). 1998. Standard Methods for The Examination of Water & Wastewater. 20th edition, APHA AWWA WEF, Maryland, USA.

Horwitz, William. (*Ed.*). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.

SNI 19-7030-2004.

Penetapan KTK

Dasar penetapan

Kapasitas tukar kation (KTK) pupuk organik dapat ditetapkan dengan cara perkolasi. Contoh dijenuhkan dengan larutan amonium asetat 1 M pH 7,0, kemudian amonium yang terjerap digantikan oleh natrium dari larutan NaCl 10 %. Kadar amonium dalam perkolat ditetapkan dengan cara destilasi.

Peralatan

- Neraca analitik
- Tabung perkolasi
- Labu takar volume 100 ml
- Labu takar volume 50 ml
- Pasir kuarsa
- *Filter pulp*
- Pipet volume 10 ml
- Piala gelas volume 50 ml
- Erlenmeyer volume 100 ml
- Unit destilator

Pereaksi

- Larutan NH₄-asetat pH 7
Timbang 78,10 g CH₃COONH₄ pa. dalam 1 l air bebas ion
- Larutan NaCl 10 %
Timbang 100 g NaCl pa. dalam 1 l air bebas ion
- Etanol 96%
- Larutan H₂SO₄ 0,05 N
- Larutan NaOH 40 %
Timbang 400 g NaOH dalam 1 l air bebas ion
- Indikator Conway
Timbang 0,15 g BCG + 0,10 g MM dalam 100 ml etanol 96%

Cara kerja

Timbang teliti 2,5000g contoh pupuk ke dalam piala gelas volume 50 ml. Tambahkan 5 – 7,5 g pasir kuarsa, 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 tiga 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 H₂SO₄ 0,05 N hingga warna larutan tepat berubah dari hijau ke merah jambu. Penetapan blanko dikerjakan.

Perhitungan

KTK (cmol+/kg)

$$= (V_c - V_b) \times N/10 \times \text{ml perkolat ml perkolat dipipet}^{-1} \times 1.000 \text{ g g contoh}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

$$= (V_c - V_b) \times N/10 \times 50 \text{ ml } 20 \text{ ml}^{-1} \times 1.000 \text{ g g contoh}^{-1} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

$$= (V_c - V_b) \times N/10 \times 50/20 \times 1.000/2,5 \times \text{fp} \times \text{fk}$$

$$= (V_c - V_b) \times N \times 100 \times \text{fp} \times \text{fk}$$

Keterangan:

V_c = ml titran untuk contoh

V_b = ml titran untuk blanko

N = normalitas H₂SO₄

10 = konversi mmol ke cmol

fp = faktor pengenceran (bila ada)

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

DAFTAR ACUAN

- Page, A.L., R.H. Miller, and D.R. Keeney (*Eds.*). 1982. *Methods of Soil Analysis, Part 2- Chemical and microbiological properties*, 2nd Edition. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.
- SNI 13-3494-1994.

DAFTAR ACUAN

- 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 organik and available forms of phosphorus in soils. Soil Sci. 59 : 39 - 45.
- Burt, R. (Ed.). 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual, Soil Survey Investigations Report No.42, Vers.4.0. Natural Resources Conservation Service, United States Department of Agriculture.
- Clesceri, L. S., A.E. Greenberg, and A. D. Eaton (Eds.). 1998. Standard Methods for The Eximination of Water & Wastewater. 20 th edition, APHA AWWA WEF, Maryland, USA.
- Council on Soil Testing and Plant Analysis. 1980. Hand Book of reference methode for soil testing (revised edition).
- 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.
- Horwitz, William. (Ed.). 2000. Official Methods of Analysis of AOAC International. 17th edition, Volume I, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. AOAC International, Maryland USA.
- 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.
- Lembaga Penelitian Tanah. 1978. Penuntun Analisa Tanaman. Publikasi L.P.T. No. 9/71.
- Lisle, L., J. Gaudron, and R. Lefroy. 1990. Laboratory Techniques for Plant and Soil Analysis. UNE-ACIAR- Crawford Fund. Department of Agronomy and Soil Science, University of New England, Armidale, Australia.and Australian Centre for International Agricultural Research.
- 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.

- Page, A.L., R.H. Miller, and D.R. Keeney (*Eds.*). 1982. *Methods of Soil Analysis, Part 2- Chemical and microbiological properties*, 2nd Edition. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.
- 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.
- Sudjadi, M., I.M. Widjick S., dan M. Soleh. 1971. *Penuntun Analisa Tanah*. Publikasi No.10/71, Lembaga Penelitian Tanah, Bogor.
- Sudjadi M, dan I.M. Widjick S. 1972. *Metoda Analisa Air Irigasi*, Publikasi No. 8/72, Lembaga Penelitian Tanah Bogor
- van Reeuwijk, L.P. 1993. *Procedures for Soil Analysis*. 4th ed. Technical Paper, International Soil Reference and Information Centre. Wageningen, The Netherlands.
- 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.

Lampiran 1. Kondisi alat untuk pengukuran unsur-unsur

Flammenfotometer

Measurement	K dan Na	
	Flame type	: Air+Elpiji,
	Atomizer	: Standar,
	Fuel flow	: 200 mm,
	Oxidant	: 0,5 Kp/cm ²

AAS Perkin Elmer

Measurement	Ca	Mg
Wavelength (nm)	: 422,7 nm	285,2 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 10	10
Oxidant	: 30	30

AAS Hitachi

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 ⁻¹	6,0 l min ⁻¹	1,7 l min ⁻¹
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa	160 kPa

Measurement	Cu	Zn
Wavelength (nm)	: 324,8 nm	213,9 nm
Flame type	: Air+Acetylene	Air+Acetylene
Fuel flow	: 2,2 l min ⁻¹	1,7 l min ⁻¹
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa

AAS Hitachi Z-5000

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 ⁻¹	2,0 l min ⁻¹	2,2 l min ⁻¹
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa	160 kPa

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 ⁻¹	2,2 l min ⁻¹	6,6 l min ⁻¹
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa	160 kPa

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 ⁻¹	5,0 l min ⁻¹	5,0 l min ⁻¹
Oxidant	: 160 kPa	160 kPa	160 kPa

Measurement	Sn
Wavelength (nm)	: 224,6 nm
Flame type	: Air+H ₂ (Acetylene)
Fuel flow	: 5,0 l min ⁻¹
Oxidant	: 160 kPa

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 ⁻¹	3
4.	Kebutuhan kapur	kw ha ⁻¹	2
5.	Kemasaman dapat tukar	cmol(+) kg ⁻¹	2
6.	Tekstur	%	0
7.	P ₂ O ₅ (HCl 25%)	mg 100g ⁻¹	0
8.	K ₂ O (HCl 25%)	mg 100g ⁻¹	0
9.	P ₂ O ₅ (Olsen)	ppm	0
10.	P ₂ O ₅ (Bray)	ppm	1
11.	Retensi P	%	1
12.	Basa-basa tukar (K, Na, Ca, Mg)	cmol(+) kg ⁻¹	2
13.	Kapasitas tukar kation	cmol(+) kg ⁻¹	2
14.	Kejenuhan basa	%	0
15.	DTPA (Fe, Mn, Cu, Zn)	ppm	1
16.	C-organik	%	2
17.	N-total	%	2
18.	Morgan wolf (makro+mikro)	ppm	1
19.	Total makro	%	2
20.	Total mikro	ppm	0
21.	Total logam berat	ppm	2
<i>Tanaman</i>			
1.	Kadar air	%	2
2.	Total N	%	2
3.	Total makro	%	2
4.	Total mikro	ppm	0
5.	Total logam berat	ppm	2
<i>Air</i>			
1.	Kadar lumpur	mg l ⁻¹	0
2.	Daya hantar listrik	dS m ⁻¹	3
3.	pH	-	1
4.	Unsur makro (K, Na, Ca, Mg)	m.e l ⁻¹	2
5.	Unsur mikro (Fe, Mn, Cu, Zn)	m.e l ⁻¹	2
6.	Amonium	m.e l ⁻¹	2
7.	Fosfat	m.e l ⁻¹	2
8.	Karbonat & bikarbonat	m.e l ⁻¹	2
9.	Klorida	m.e l ⁻¹	2
10.	Sulfat	m.e l ⁻¹	2
11.	Nitrat	m.e l ⁻¹	2
12.	Boron	m.e l ⁻¹	2
<i>Pupuk anorganik</i>			
1.	Kadar air	%	2
2.	Nitrogen total	%	2
3.	N-NH ₄	%	2
4.	N-NO ₃	%	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 ⁻¹	2/0
10.	Besar butir	%	2
11.	Asam bebas	%	2
12.	Belerang	%	2

No.	Parameter	Satuan	Desimal
13.	Silikat	%	2
14.	Setara CaCO ₃	%	2
15.	Klorida	%	2
	<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.	Total makro	%	2
8.	Total mikro	ppm	1
9.	Total logam berat	ppm	1
10.	Total Hg dan As	ppm	1
11.	KTK	m.e 100 g ⁻¹	2

Lampiran 3. Kriteria penilaian hasil analisis tanah

Parameter tanah *	Nilai				
	Sangat rendah	Rendah	Sedang	Tinggi	Sangat tinggi
C (%)	<1	1-2	2-3	3-5	>5
N (%)	<0,1	0,1-0,2	0,21-0,5	0,51-0,75	>0,75
C/N	<5	5-10	11-15	16-25	>25
P ₂ O ₅ HCl 25% (mg 100g ⁻¹)	<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 ⁻¹)	<10	10-20	21-40	41-60	>60
KTK/CEC (me 100 g tanah ⁻¹)	<5	5-16	17-24	25-40	>40
Susunan kation					
Ca (me 100 g tanah ⁻¹)	<2	2-5	6-10	11-20	>20
Mg (me 100 g tanah ⁻¹)	<0,3	0,4-1	1,1-2,0	2,1-8,0	>8
K (me 100 g tanah ⁻¹)	<0,1	0,1-0,3	0,4-0,5	0,6-1,0	>1
Na (me 100 g tanah ⁻¹)	<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	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 dan 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. Segitiga tekstur

Gambarnya mana?

Lampiran 5. Definisi dan syarat-syarat mutu pupuk

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 (H₂PO₄)

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
	- P ₂ O ₅ larut dalam asam sitrat 2 %	%	Minimal 34
	- P ₂ O ₅ larut dalam air	%	Minimal 30
2	Kadar belerang (sebagai S)	%	Minimal 5

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
3	Kadar asam bebas (sebagai H ₂ PO ₄)	%	Maksimal 6
4	Kadar air	%	Maksimal 5

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 P ₂ O ₅)	%	Minimal 46
3	Kadar air	%	Maksimal 2
4	Butiran lolos ayakan 5 US Mesh, tidak I lolos ayakan 10 US Mesh	%	Minimal 80
5	Cemaran logam		
	- Kadmium (Cd)	ppm	Maksimal 100
	- Timbal (Pb)	ppm	Maksimal 500
	- Raksa Hg	ppm	Maksimal 10
6	Cemaran arsen (As)	ppm	Maksimal 100

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

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 ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$)

Syarat mutu pupuk mono amonium fosfat SNI 02-2810-2005

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar nitrogen	%	Minimal 11
2	Kadar fosfor (dihitung sebagai P_2O_5)	%	Minimal 48
3	Kadar air	%	Maksimal 1
4	Butiran lolos ayakan 5 US Mesh, tidak I lolos ayakan 10 US Mesh	%	Minimal 80

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 (K_2O)	%	Minimal 50
2	Kadar belerang (S)	%	Minimal 17
3	Asam bebas sebagai H_2SO_4	%	Maksimal 2,5
4	Klorida (Cl)	%	Maksimal 2,5
5	Kadar air (H_2O)	%	Maksimal 1

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

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 ZnO	%	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

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
3	Asam bebas (sebagai H ₂ SO 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, Ca(H₂PO₄)₂

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 ₃ P ₀ ₄	%	Maksimal 6
3	Kadar air (H ₂ O)	%	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

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
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	Nitrogen total	%	Minimal 2
3	P ₂ O ₅ total	%	Minimal 2
4	K ₂ O	%	Minimal 2
5	Tembaga (Cu)	ppm	2 - 3
6	Kobal (Co)	ppm	0,25 - 0,35
7	Mangan (Mn)	ppm	18 – 22
8	Seng (Zn)	ppm	3 – 5
9	Molibden (Mo)	ppm	1 – 2
10	Boron (B)	ppm	18 – 22
11	Biuret	%	Maksimal 1
12	Merkuri (Hg)	ppm	Maksimal 0,2
13	Arsen (As)	ppm	Maksimal 5
14	Kadmium (Cd)	ppm	Maksimal 1
15	Timbal (Pb)	ppm	Maksimal 5

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+ K ₂ O)	%	Minimum 30
2	Nitrogen total	%	Minimum 6
3	P ₂ O ₅ total	%	Minimum 6
4	K ₂ O	%	Minimum 6
5	Tembaga (Cu)	ppm	6 - 8
6	Kobal (Co)	ppm	0,9 - 0,11
7	Mangan (Mn)	ppm	50 – 60
8	Seng (Zn)	ppm	10 – 12
9	Molibden (Mo)	ppm	3 – 5

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
10	Boron (B)	ppm	50 – 60
11	Biuret	%	Maksimal 1 %
12	Merkuri (Hg)	ppm	Maksimal 0,2
13	Arsen (As)	ppm	Maksimal 5
14	Kadmium (Cd)	ppm	Maksimal 1
15	Timbal (Pb)	ppm	Maksimal 5

14. Pupuk kalium nitrat

Definisi

Pupuk kalium nitrat adalah pupuk majemuk buatan berbentuk serbuk, butiran, serpihan dengan komponen utama KNO_3 digunakan sebagai sumber hara nitrogen dan kalium.

Syarat mutu pupuk kalium nitrat SNI 02-2808-1992

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar nitrogen	%	Minimal 13,0
2	Kalium sebagai K_2O	%	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, butirari atau glintiran dengan rumus kimia $Ca(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$.

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 $CO(NH_2)_2$.

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	g	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
	- Kadar biuret	%	Maksimal 1
2	Bentuk gelintiran	%	Minimal 46
	- Kadar nitrogen	%	Maksimal 0,5
	- Kadar air	%	Maksimal 2
	- Kadar biuret		

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 ammonium fosfat (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 Ca Mg (CO₃)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

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
3	Kadar Ca sbg CaO	%	Minimal 30
4	Kadar Al ₂ O ₃ + Fe ₂ O ₃ (R ₂ O 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 beasal 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 (CaCO₃)

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		
	CaCO ₃ + MgCO ₃	%	Minimal 85
	CaO + MgO	%	Minimal 47
4	Kadar Fe ₂ O ₃ dan Al ₂ O ₃ (R ₂ O 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 MgSO₄. H₂O

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 sbg S	%	Minimal 21,0

24. Urea ammonium 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, dan sebagainya), 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 sebagai P ₂ O ₅	%	Minimal 10
4	Kalium sebagai K ₂ O	%	Minimal
5	Khlorida sebagai 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	⁰ C	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 (P ₂ O ₅)	%	10 – 20
14	Kalium (K ₂ O)	%	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

* Nilainya lebih besar dari minimum atau lebih kecil dari maksimum.

Persyaratan teknis minimal pupuk an-organik padat dan cair
SK Mentan No: 09/Kpts/TP.260/1/2003

Definisi

Persyaratan teknis minimal pupuk an-organik adalah standar mutu pupuk yang ditetapkan oleh Menteri Pertanian terhadap pupuk yang belum ada SNI nya. 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.

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 unsur
- Untuk pupuk fosfat alam yang dilarutkan dalam asam kuat (partially *acidulated rock phosphat* = 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

Konsep persyaratan teknis minimal pupuk organik dan pembenah tanah

Persyaratan teknis minimal pupuk organik

No.	Parameter	Kandungan	
		Padat	Cair
1.	C-organik (%)	Minimal 15	>6
2.	C/N ratio	12-25	-
3.	Bahan ikutan (%) (kerikil, beling, plastik)	<2	-
4.	Kadar air (%)	Minimal 20 Maksimal 35	- -
5.	Kadar logam berat		
	As (ppm)	<10	<10
	Hg (ppm)	<1	<1
	Pb (ppm)	<50	<50
	Cd (ppm)	<10	<10
6.	pH	>4 - <8	>4 - <8
7.	Kadar total (N+P ₂ O ₅ +K ₂ O) (%)	Dicantumkan	Dicantumkan
8.	Mikroba patogen (E. Coli, Salmonella)	Dicantumkan	Dicantumkan
9.	Kadar unsur mikro (ppm) (Zn, Cu, Mn, Co, Fe)	Dicantumkan	Dicantumkan

Persyaratan teknis minimal pembenah tanah

No	Parameter	Kandungan
1.	Bahan aktif* (%) (sintetis)	0,02 – 5 (terhadap berat kering tanah)
2.	KTK**	>80
3.	pH	4-8
4.	Kadar air (%) Tanah)	<35
5.	Bahan ikutan (%)	<2
6.	Kadar logam berat (ppm)	
	As	< 10
	Hg	< 1
	Pb	< 50
	Cd	< 10
7.	Mikroba patogen (cell ml ⁻¹) (E. coli, Salmonella)	Dicantumkan

* Khusus untuk bahan yang direkayasa kimia

** KTK khusus zeolit >80