



**PENENTUAN KADAR FOSFAT DALAM AIR SAWAH
MENGUNAKAN ELEKTRODA KOBALT-KARBON (Co-C)**

SKRIPSI

Oleh
Daniyah Nurhasanah
151810301004

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2020**



**PENENTUAN KADAR FOSFAT DALAM AIR SAWAH
MENGUNAKAN ELEKTRODA KOBALT-KARBON (Co-C)**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1) dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh
Daniyah Nurhasanah
151810301004

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2020**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda Sugeng Adi Prayitno, S.E., dan Ibunda Nurul Siti Hasanah yang senantiasa selalu memberikan doa, kasih sayang, dukungan, motivasi serta perhatian yang tiada henti sehingga saya bisa sampai ke tahap ini.
2. Saudara tersayang Lutfi Adi Kurniawan, S.Kom., dan Fauziyah Bahabazy yang selalu memberikan doa, dukungan dan semangatnya.
3. Almamater tercinta TK Al-Irsyad Al-Islamiyah, Madrasah TPQ/PMA Al-Abror, SDN 2 Patokan, SMPN 5 Situbondo, SMAN 2 Situbondo serta semua dosen jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember yang telah membimbing dan memberikan ilmunya dengan penuh kesabaran.
4. Teman-teman seperjuangan Crypton 2015 yang selalu memberikan doa serta dukungan.
5. Saudara-saudara UKMS Titik dan Titikers Kimia 2015 yang telah memberikan pengalaman organisasi, ilmu serta semangatnya.
6. Sahabat lawak Sanada Aulia Fanani, Frida Kristining Tyas, Yovita Eki Safitri, Firdausi Wulandari, Ani Sofiyana, Desi Agrifiani dan Himyatul Khoirah yang telah memberikan doa, perhatian, dukungan, bantuan serta saran selama ini.
7. Sahabat satu tim penelitian Lia Indah Wardiyani yang telah memberikan doa, dukungan, kesabaran dalam bekerjasama untuk menyelesaikan skripsi ini.
8. Teman dekat seperjuangan Febrianda Rahmatul Ramadhan yang selalu memberikan doa, semangat dan selalu menemani dalam suka maupun duka dengan penuh kesabaran.
9. Teman-teman kos Eyang yang telah memberikan kenyamanan, dukungan serta doanya.

MOTO

Allah tidak akan membebani seorang melainkan sesuai dengan kadar kesanggupannya (Terjemahan Qur'an Surat Al Baqarah ayat 186).*)

Dan tidak ada kesuksesan bagiku melainkan atas (pertolongan) Allah (Terjemahan Qur'an Surat Huud ayat 88).**)



*) Departemen Agama Republik Indonesia. 2018. *Al-Qur'an dan Terjemahannya*. Bandung: CV. Dipenogoro.

***) Departemen Agama Republik Indonesia. 2018. *Al-Qur'an dan Terjemahannya*. Bandung: CV. Dipenogoro.

PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini:

Nama : Daniyah Nurhasanah

NIM : 151810301004

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Penentuan Kadar Fosfat Dalam Air Sawah Menggunakan Elektroda Kobalt-Karbon (Co-C)” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 22 Januari 2020

Yang menyatakan,

Daniyah Nurhasanah

151810301004

SKRIPSI

**PENENTUAN KADAR FOSFAT DALAM AIR SAWAH
MENGUNAKAN ELEKTRODA KOBALT-KARBON (Co-C)**

Oleh

Daniyah Nurhasanah
151810301004

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D.

Dosen Pembimbing Anggota : Yudi Aris Sulistiyo S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Penentuan Kadar Fosfat Dalam Air Sawah Menggunakan Elektroda Kobalt-Karbon (Co-C)” karya Daniyah Nurhasanah telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Tim Penguji:

Ketua,

Anggota I,

Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D.
NIP. 1966052919930310003

Yudi Aris Sulistiyo S.Si., M.Si.
NIP. 198809242014041001

Anggota II,

Anggota III,

Tanti Haryati, S.Si., M.Si.
NIP. 198010292005012002

Asnawati, S.Si., M.Si.
NIP. 196808141999032001

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Drs. Achmad Syaifullah, M.Sc., Ph.D
NIP. 195910091986021001

RINGKASAN

Penentuan Kadar Fosfat Dalam Air Sawah Menggunakan Elektroda Kobalt-Karbon (Co-C); Daniyah Nurhasanah, 151810301004; 55 halaman; Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Air merupakan sumber daya alam yang berperan penting dalam kehidupan seperti air minum, pertanian, kegiatan industri, peternakan dan lain-lain. Pemanfaatan air dalam bidang pertanian yaitu sebagai air irigasi. Air irigasi berperan sangat penting dalam pertumbuhan tanaman padi serta menjadi kunci keberhasilan peningkatan produksi tanaman padi. Pertumbuhan tanaman padi juga dipengaruhi oleh pemberian pupuk. Kandungan unsur hara yang dibutuhkan tanaman pada padi dalam pupuk salah satunya fosfor. Fosfor dapat merangsang pertumbuhan akar tanaman muda, mempercepat pembungaan dan pemasakan buah. Senyawa ion fosfat dapat diserap oleh tanaman dalam bentuk ion orthofosfat primer (H_2PO_4^-) dan sebagian kecilnya dalam bentuk sekunder (HPO_4^{2-}). Pergerakan ion fosfat menuju sistem perakaran sangat lambat sehingga fosfat yang diserap sangat sedikit dan menyebabkan penimbunan pupuk fosfor. Penimbunan ini akan cenderung terbawa oleh air ke sistem irigasi. Jika air irigasi tercemar maka penggunaannya akan kurang maksimal dalam potensi peningkatan produksi padi dan akan menimbulkan peristiwa eutrofikasi.

Penelitian ini membahas tentang karakterisasi kinerja elektroda Co-C yang meliputi sensitivitas, selektivitas, presisi, akurasi serta perbandingan hasil analisis elektroda Co-C dan metode spektrofotometri terhadap sampel sawah. Metode analisis fosfat dalam sampel secara efisien dapat dilakukan dengan menggunakan metode potensiometri yaitu elektroda selektif ion (ISE) fosfat. Elektroda kobalt dapat digunakan untuk mendeteksi fosfat secara selektif dengan mekanisme terjadinya oksidasi kobalt pada permukaan elektroda. Pengembangan kobalt dengan luas permukaan yang besar dilakukan dengan proses elektrodeposisi salah satunya pada karbon. Proses elektrodeposisi dapat dilakukan dengan metode elektrokimia yaitu *cyclic voltametry*, *linear sweep voltametry* dan kronoamperometri.

Penelitian ini dilakukan perbandingan antara dua metode dalam menganalisis fosfat yaitu metode potensiometri dan metode spektrofotometri sebagai metode standar. Penelitian ini melakukan proses elektrodeposisi kobalt terhadap karbon dari campuran elektrolit $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,01 M dan NH_4Cl 1 M menggunakan metode *cyclic voltametry*. Hasil dari proses elektrodeposisi ini yaitu elektroda kobalt-karbon (Co-C) yang digunakan sebagai metode potensiometri. Metode spektrofotometri yang digunakan pada daerah visibel karena fosfat dapat mudah bereaksi dengan ammonium molibdat membentuk suatu kompleks dengan katalis kalium antimoni tartat, yang akan direduksi oleh asam askorbat dan membentuk kompleks berwarna biru.

Hasil karakterisasi secara potensiometri ditunjukkan dengan sensitivitas yang memiliki nilai *slope* -34,2 mV dan mendekati nilai *slope* secara teori yaitu -29,5 mV. Tetapan selektifitas (K_{ij}^{Pot}) pada ion fosfat sebesar 1,22 yang lebih besar daripada K_{ij}^{Pot} ion pengganggu. Nilai akurasi dinyatakan dalam persen %, nilai % akurasi yang tertinggi sebesar 98% pada sampel A1 dan terkecil sebesar 84% pada sampel A2 dan untuk parameter nilai koefisien korelasi (K_v) metode potensiometri memiliki nilai tertinggi 0,28% dan nilai terkecil 0%. Hasil analisis fosfat dalam sampel dengan dua metode tersebut menunjukkan akurasi yang sangat baik, dilihat dari hasil konsentrasi fosfat dalam sampel yang dihasilkan.

PRAKATA

Alhamdulillah atas segala rahmat dan karunia Allah SWT, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Penentuan Kadar Fosfat Dalam Air Sawah Menggunakan Elektroda Kobalt-Karbon (Co-C)”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

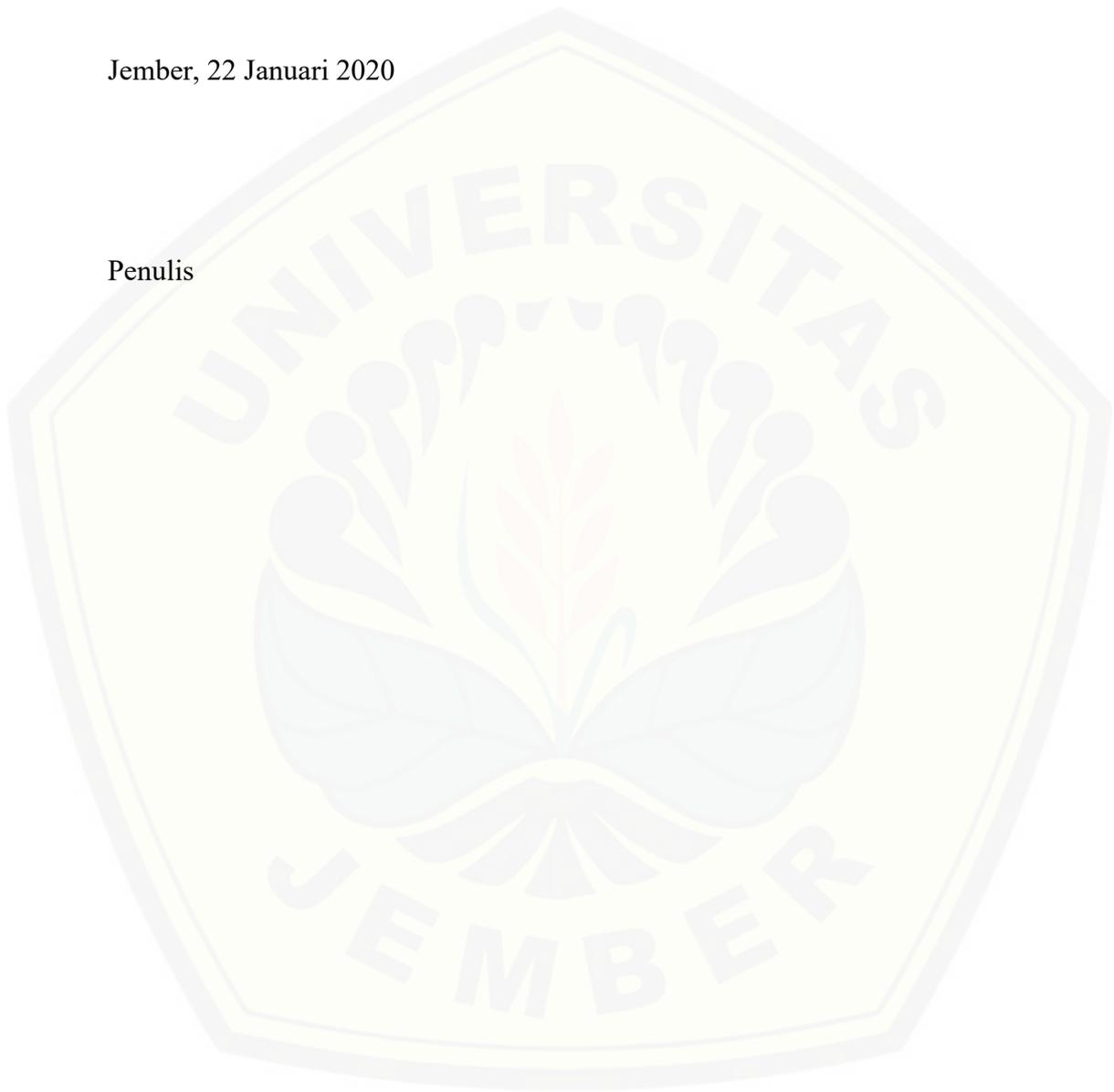
Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. Achmad Syaifullah, M.Sc., Ph.D selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, dan perhatian dalam penulisan skripsi ini;
4. Tanti Haryati, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji I, dan Asnawati, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya guna menguji, serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Drs. Achmad Syaifullah, M.Sc., Ph.D. selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing dan memberikan saran selama melaksanakan studi;
6. Bapak dan Ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu dan pengetahuan;
7. Teknisi-teknisi laboratorium Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
8. Semua pihak yang telah memberikan kontribusi dalam penyusunan skripsi ini tapi tidak bisa disebutkan satu persatu.

Segala bentuk kritik dan saran yang bersifat membangun diharapkan dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini dan semoga skripsi ini dapat bermanfaat terhadap perkembangan ilmu pengetahuan, khususnya di bidang kimia.

Jember, 22 Januari 2020

Penulis



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
HALAMAN PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan	3
1.4 Manfaat	3
1.5 Batasan Masalah	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Air	5
2.2 Fosfor	6
2.3 Metode Potensiometri untuk Analisis Fosfat	10
2.3.1 Prinsip Dasar Metode Potensiometri.....	10
2.3.2 Prinsip Kerja Elektroda Kobalt dalam Analisis Fosfat secara Potensiometri.....	11
2.4 Voltammetri	13

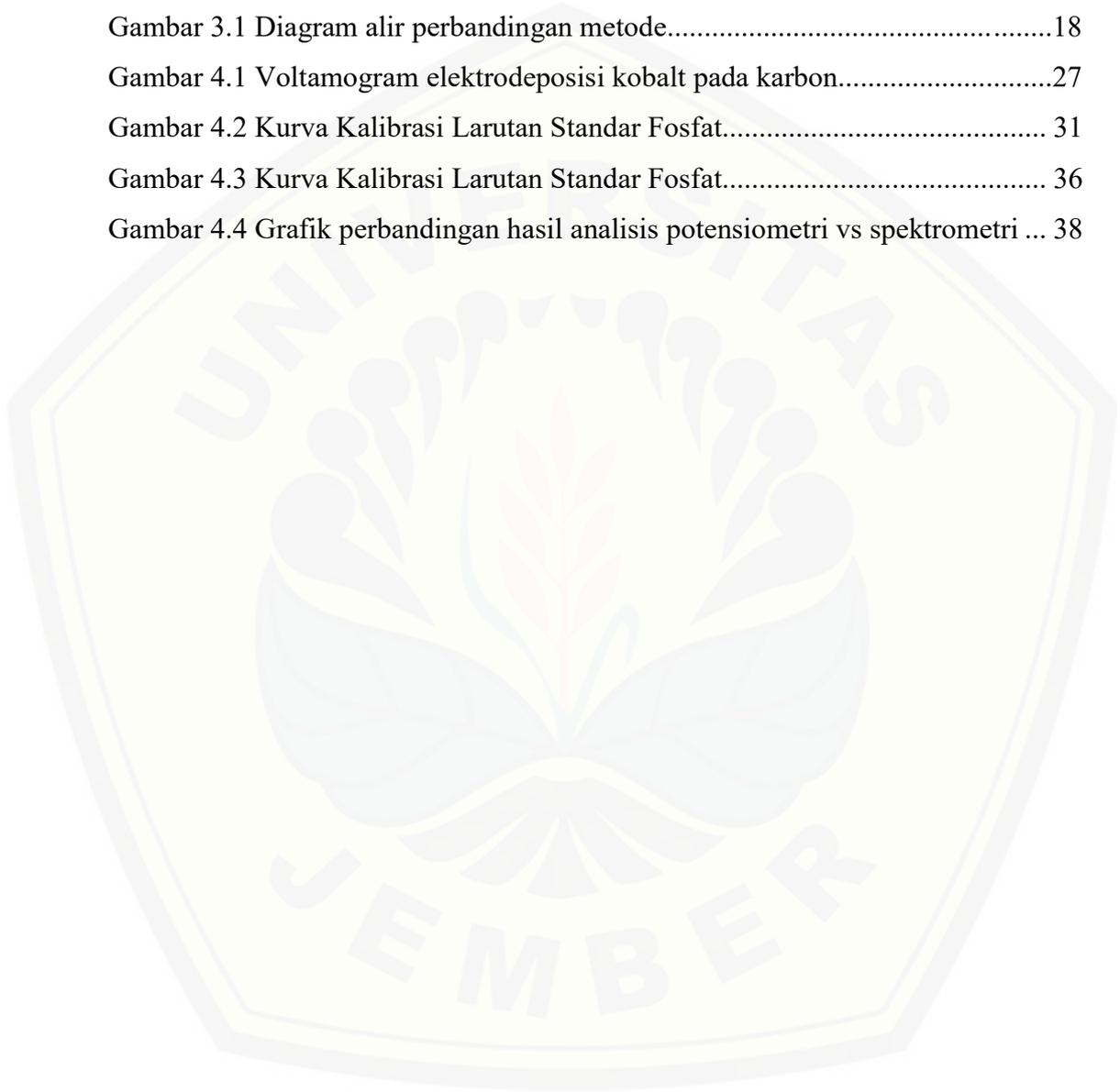
2.5 Metode Spektrofotometri UV-VIS untuk Analisis Fosfat.....	14
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	17
3.1 Waktu dan Tempat.....	17
3.2 Alat dan Bahan.....	17
3.2.1 Alat.....	17
3.2.2 Bahan.....	17
3.3 Rancangan Penelitian	18
3.4 Prosedur Penelitian.....	19
3.4.1 Pembuatan Elektroda Kobalt-Karbon	19
3.4.2 Preparasi Sampel	19
3.4.3 Pembuatan Larutan.....	19
3.4.4 Pengukuran Konsentrasi Fosfat Menggunakan Metode Potensiometri.....	21
3.4.5 Pengukuran Konsentrasi Fosfat Menggunakan Metode Spektrofotometri.....	22
3.4.6 Karakteristik Metode Potensiometri	23
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1 Elektrodeposisi Kobalt pada Permukaan Batang Karbon	26
4.2 Penentuan Kadar Fosfat dengan Metode Potensiometri dan Spektrofotometri UV-Vis	29
4.2.1 Penentuan Kadar Fosfat dengan Metode Potensiometri dan Karakterisasinya	30
4.2.2 Penentuan Kadar Fosfat dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis...34	
4.3 Analisis Sampel Menggunakan Metode Potensiometri dan Spektrofotometri UV-Vis	36
BAB 5. PENUTUP	39
5.1 Kesimpulan.....	39
5.2 Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	40
LAMPIRAN.....	45

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Rekomendasi pemupukan P dan K pada tanaman padi sawah dengan pupuk majemuk	8
Tabel 2.2 Rekomendasi pemupukan N, P dan K pada tanaman padi sawah di daerah Jember	9
Tabel 4.1 Data nilai koefisien tetapan selektivitas (K_{ij}^{Pot}).....	33
Tabel 4.2 Nilai koefisien korelasi pada pengukuran metode potensiometri.....	34
Tabel 4.3 Data hasil perbandingan konsentrasi dari kedua metode	37

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Sel elektrokimia voltametri	14
Gambar 3.1 Diagram alir perbandingan metode.....	18
Gambar 4.1 Voltamogram elektrodeposisi kobalt pada karbon.....	27
Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fosfat.....	31
Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fosfat.....	36
Gambar 4.4 Grafik perbandingan hasil analisis potensiometri vs spektrometri ...	38



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
LAMPIRAN A. Hasil Elektrodeposisi Elektroda Kobalt-Karbon Secara Potensiometri	45
LAMPIRAN B. Data Hasil Dan Perhitungan Keterulangan Pada Uji Sensitifitas Elektroda Kobalt-Karbon Secara Potensiometri.	46
LAMPIRAN C. Data Hasil Dan Perhitungan Koefisien Selektivitas Pada Uji Selektivitas Elektroda Kobalt-Karbon Secara Potensiometri	49
LAMPIRAN D. Data <i>Scanning</i> Dan Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Dengan Spektrofotometri Uv-Vis.....	51
LAMPIRAN E. Data Kurva Kalibrasi	52
LAMPIRAN F. Perhitungan Nilai Konsentrasi Fosfat Dalam Sampel Air Sawah.....	53
LAMPIRAN G. Perhitungan Akurasi Sampel Dengan Elektroda Co-C Dan Metode Spektrofotometri	54
LAMPIRAN H. Grafik Perbandingan Hasil Konsentrasi Sampel Menggunakan Elektroda Kobalt-Karbon Dengan Metode Spektrometri Visibel	55

BAB I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Air merupakan sumber daya alam yang berperan penting dalam kehidupan seperti air minum, pertanian, kegiatan industri, peternakan dan lain-lain (Effendi, 2016). Penurunan kualitas air salah satunya disebabkan oleh efek samping aktivitas pertanian yaitu penggunaan pupuk berlebih, pestisida dan herbisida. Manfaat pupuk bagi tanaman salah satunya sebagai sumber unsur hara dan meningkatkan pertumbuhan tanaman. Namun, penggunaan pupuk berlebihan menyebabkan pupuk tidak dapat diserap oleh tanah dan cenderung terbawa oleh air ke sistem irigasi. Jenis-jenis pupuk yang banyak digunakan ialah pupuk dengan kandungan nitrogen, fosfor dan kalium (Renica, 2014).

Unsur hara yang dibutuhkan di tanaman padi sesuai dengan data yang telah diusulkan menurut Husnain dan Ibrahim, (2010), untuk setiap 5 ton ha⁻¹ tanaman padi membutuhkan kandungan nitrogen sekitar 75-120 kg ha⁻¹, fosfor sekitar 20-25 kg ha⁻¹ dan kalium sekitar 23-257 kg ha⁻¹. Unsur fosfor dibutuhkan oleh tanaman untuk meningkatkan pertumbuhannya (De Datta, 1981). Pergerakan ion fosfor menuju sistem perakaran tanaman dalam tanah termasuk proses yang lambat dan melalui mekanisme intersepsi akar dan difusi dalam jangka pendek, sehingga fosfor yang diserap oleh tanah sangat sedikit. Tanaman mampu menyerap pupuk fosfor yang ditambahkan sekitar 10-15%. Sebagian besarnya, fosfor difiksasi oleh ion Fe, Al, dan Ca atau mikroorganisme tertentu, sehingga sisa fosfor dari pupuk tersebut tertimbun yang menyebabkan respon tanaman menurun saat pemupukan fosfor berikutnya (Adiningsih, 2004). Oleh karena itu, pentingnya pengendalian fosfor dalam air yang berkaitan dengan peristiwa eutrofikasi dan menjadi masalah serius untuk pencemaran air (Daloglu, 2012). Upaya yang perlu dilakukan adalah upaya analisis atau monitoring kandungan fosfor dalam air sawah.

Analisis ion fosfat telah dimanfaatkan untuk budidaya hidroponik dan pengolahan air limbah lingkungan (Tafesse dan Enemchukwu, 2011). Penentuan konsentrasi ion fosfat ini biasanya dilakukan dengan Kromatografi Cair Kinerja

Tinggi (KCKT) atau dengan metode spektrometri molekul uv-vis menggunakan reaksi molibdenum biru (Lopes-Ruiz, 2000). Metode KCKT ini memiliki kekurangan yaitu anion-anion yang dianalisis banyak terjadi tumpang tindih sehingga, penentuan jumlah ion fosfat sulit diamati. Xiao (1995), telah mengembangkan dan memanfaatkan *Ion Selective Electrode* (ISE), karena lebih murah, sederhana, cepat, dan stabil. Secara khusus, kobalt sering dijadikan bahan dasar untuk sensor fosfat dalam bentuk ISE. Sensor fosfat yang telah dilaporkan menggunakan elektroda kobalt sebagai ISE yang permukaannya dilapisi kobalt oksida (Co-O). Hasil penggunaan elektroda kobalt ini menunjukkan sangat selektifitas untuk ion dihidrogen fosfat (H_2PO_4^-) secara potensiometri dengan respon sekitar 10^{-5} - 10^{-2} mol/L fosfat dengan kemiringan anion monovalen 55 mV/pC. Elektroda ini juga dapat digunakan untuk penentuan fosfat yang terkandung dalam adenosin-5-trifosfat dan adenosin-5-difosfat (Xiao et al., 1995). Xu, *et al.* (2018), juga telah memanfaatkan elektroda kobalt untuk menganalisis ion fosfat. Hasil penelitian ini menghasilkan respon yang linear terhadap H_2PO_4^- dengan range konsentrasi $1,0 \times 10^{-5}$ sampai $1,0 \times 10^{-1}$ mol/L pada pH 4-6,5 dengan kemiringan -39 mV/dec. Respon elektroda ini tidak terganggu terhadap anion yang lain seperti klorida, karbonat dan sulfat.

Perkembangan elektroda kobalt untuk menganalisis fosfat telah diusulkan oleh Mawaddah (2019), menggunakan elektroda Co-C dalam elektrolit $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ menunjukkan hasil bahwa elektroda Co-C memiliki respon yang baik terhadap fosfat dengan nilai sensitifitas 31,7 mV/dekade dengan metode *Linear Sweep Voltammetry* (LSV). Penelitian ini juga dikembangkan oleh Ni'mah (2019), menggunakan elektroda Co-C dalam elektrolit $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan hasil diperoleh elektroda tersebut memiliki respon yang baik terhadap fosfat, namun dengan metode *Cyclic Voltammetry* (CV). Hasil kedua penelitian tersebut membandingkan metode yang digunakan yaitu *Linear Sweep Voltammetry* (LSV) dan *Cyclic Voltammetry* (CV).

Penelitian ini, akan memanfaatkan elektroda kobalt yang diimobilisasi pada matriks karbon dan membandingkan kinerja potensiometrinya dengan metode spektrofotometri dalam analisis ion fosfat. Sampel untuk penelitian ini, diambil di

sekitar daerah jalan Tawangmangu Kota Jember, yang merupakan sebagian besar warganya berprofesi sebagai petani. Menurut informasi yang didapat, sawah yang menjadi sumber perekonomian para petani disana menggunakan pupuk NPK.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang dapat diambil berdasarkan uraian latar belakang, ialah sebagai berikut:

1. Bagaimana sensitivitas, selektivitas, presisi dan akurasi elektroda Co-C pada pengukuran fosfat dalam air di daerah persawahan?
2. Bagaimana perbandingan hasil analisis elektroda Co-C dan metode spektrofotometri terhadap sampel air sawah?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini berdasarkan rumusan masalah, ialah sebagai berikut:

1. Mengetahui sensitivitas, selektivitas, presisi dan akurasi elektroda Co-C pada pengukuran fosfat dalam air di daerah persawahan
2. Mengetahui perbandingan hasil analisis elektroda Co-C dan metode spektrofotometri terhadap sampel air sawah

1.4 Manfaat

Manfaat dari penelitian ini ialah untuk mengetahui pengembangan sensor fosfat dengan metode dan sampel yang berbeda dari metode standar. Manfaat lain yaitu mengetahui kadar fosfat dalam aliran air sawah yang sesuai dengan baku mutu lingkungan, sehingga masyarakat dapat mengontrol pemupukan secara bertahap. Pemupukan secara bertahap ini agar kandungan fosfor didalam unsur hara tidak berlebih dan meminimalisir dampak negatif pada lingkungan.

1.5 Batasan Masalah

Batasan masalah untuk menghindari adanya penyimpangan atau pelebaran pokok masalah agar penelitian ini lebih efisien dan juga mempermudah

pembahasan pada penelitian ini. Batasan masalah pada penelitian ini, ialah sebagai berikut:

1. Sampel yang digunakan ialah air sawah di beberapa lokasi sekitar Jalan Tawangmangu Kota Jember
2. Pembuatan elektroda kobalt telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya



BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Air

Air merupakan bahan alam yang diperlukan untuk kehidupan dan aktivitas manusia, hewan dan tumbuhan sebagai media pengangkutan zat-zat makanan, sumber energi serta keperluan yang lainnya. Masalah utama pada air ialah kuantitas dan kualitas. Kuantitas air yaitu dimana banyaknya air yang tidak mampu mencukupi kebutuhan yang semakin meningkat, sedangkan kualitas air yaitu keadaan air yang layak untuk digunakan, yang semakin tahun ke tahun kualitas air menurun akibat beberapa kegiatan yang berdampak negatif. Kegiatan yang dimaksud seperti kegiatan industri, domestik dan lain sebagainya (Sasongko, dkk., 2014).

Air dibutuhkan untuk berbagai kebutuhan. Air merupakan sumber daya alam yang banyak digunakan untuk beberapa keperluan. Kebutuhan air tidak hanya untuk minum namun berperan penting di sektor ekonomi seperti pertanian, kegiatan industri, peternakan dan kegiatan yang lain (Effendi, 2016). Pemanfaatan air dalam bidang pertanian yaitu sebagai air irigasi. Air irigasi berperan sangat penting dalam pertumbuhan tanaman padi serta menjadi kunci keberhasilan peningkatan produksi tanaman padi. Namun, yang harus diperhatikan dalam air irigasi ini adalah kualitasnya, dengan meninjau air tersebut tercemar atau tidak terhadap pemakaian pupuk yang berlebih. Jika air irigasi tercemar maka penggunaannya akan kurang maksimal yang akan berpengaruh dalam potensi peningkatan produksi padi (Sinaga, dkk., 2013).

Lesniawati (1999), telah melaporkan dari hasil penelitiannya bahwa kandungan hara pada air daerah persawahan dari yang terbesar sampai terkecil berturut-turut berupa N, K, Mg, Ca, dan P. Pemupukan dan insektisida dapat dibawa menuju air irigasi dan masuk kembali ke sungai. Hal tersebut yang berakibat meningkatkan unsur P dan N dalam sistem air, yang akan menyebabkan keadaan lewat subur atau eutrofikasi hingga terjadi perkembangan fitoplankton.

2.2 Fosfor

Unsur-unsur mineral pada dasarnya yang berada di dalam tubuh berfungsi sebagai zat pembangun dan pengatur. Unsur-unsur logam fosfor merupakan unsur-unsur yang berperan dalam peningkatan kesehatan manusia. Fosfor berfungsi untuk perkembangan normal tulang, juga merupakan unsur pokok yang penting bagi darah, limfa dan struktur nuklir kehidupan sel. Fosfor berfungsi untuk pembentukan tulang dan membentuk gigi. Fosfor juga terlibat dalam metabolisme energi sebagai bagian dari adenosin trifosfat (ATP) yang merupakan sumber atau sistem energi (*energy currency*) tubuh (Sujatmiko, 2010).

Fosfor termasuk unsur hara yang esensial bagi tanaman, sehingga keberadaannya dibutuhkan dengan relatif yang sangat banyak dan perannya tidak bisa digantikan oleh unsur yang lainnya. Peranan fosfor bagi tanaman sangat penting yaitu dapat merangsang pertumbuhan anakan, perkembangan akar, mempercepat pertumbuhan bibit dan pembungaan serta mendorong serapan N pada awal pertumbuhan (De Datta, 1981). Fosfor dalam tanaman memegang peranan penting dalam kebanyakan reaksi enzim yang tergantung kepada fosforilase. Oleh karena itu, fosfor merupakan bagian dari inti sel, sehingga penting dalam pembelahan sel dan juga untuk perkembangan jaringan meristem. Maka dari itu, fosfor dapat merangsang pertumbuhan akar tanaman muda, mempercepat pembungaan dan pemasakan buah, biji atau gabah. Selain itu juga sebagai penyusun lemak dan protein (Syarieff, 1986).

Fosfor dalam tanah *immobile* karena tingkat ketersediaannya dalam tanah dipengaruhi oleh reaksi tanah (pH), kadar Al dan Fe, kadar Ca, kadar bahan organik, tekstur dan pengelolaan lahan. Fosfat dalam larutan dapat berbentuk H_2PO_4^- atau HPO_4^{2-} tergantung dari kemasaman larutan (pH). Kandungan P pada tanah bervariasi dari 0,005% sampai 0,15%, sedangkan konsentrasi P relatif dalam tanaman sekitar 0,2%. Tanaman biasanya mengabsorpsi P dalam bentuk ion orthofosfat primer (H_2PO_4^-) dan sebagian kecil dalam bentuk sekunder (HPO_4^{2-}). Absorpsi kedua ion itu oleh tanaman dipengaruhi oleh pH tanah sekitar akar, pada pH tanah yang rendah, absorpsi bentuk H_2PO_4^- akan meningkat (Leiwakabessy, dkk., 2003).

Peran penting yang dimiliki oleh unsur P menyebabkan unsur ini harus selalu tersedia pada saat penanaman padi. Hal ini karena kemampuannya dalam pembentukan rumpun atau anakan sehingga dapat mendukung produksi. Pemupukan fosfor (P) di lahan sawah seringkali dilakukan secara intensif, namun seringkali tanpa memperhatikan status hara P tanah. Pemupukan ini dilakukan pada setiap musim tanam, sehingga menyebabkan terjadinya timbunan P di dalam tanah yang sesungguhnya dapat dimanfaatkan sebagai sumber hara P bagi tanaman padi (Suyono dan Citraesmini, 2010).

Pemupukan secara intensif juga menyebabkan penimbunan unsur P dalam tanah yang akibatnya akan berdampak pada air sawah. Penimbunan unsur P dalam sawah ini karena fosfor sangat mudah terikat dengan Al dan Fe pada tanah masam sedangkan pada tanah basah mudah terikat dengan Ca. Penimbunan fosfor selain mengurangi efisiensi P sendiri juga dapat mempengaruhi unsur hara yang lain dalam tanaman, seperti Fe dan Mn. Peran penting fosfor ini yang mengharuskan selalu ada saat pemupukan padi, sehingga pemupukan terus dilakukan (intensif) dan tidak melihat dampak pada unsur tanah tersebut yang juga akan mempengaruhi kualitas air. Pentingnya pengendalian fosfor dalam air berkaitan dengan peristiwa eutrofikasi dan menjadi masalah yang serius untuk pencemaran air (Daloglu, 2012). Menurut Permentan (2007), rekomendasi pupuk masih bersifat umum, sehingga pemupukan belum rasional dan belum berimbang. Maka dari itu, rekomendasi pemupukan perlu ditetapkan agar menghasilkan produk yang optimal. Rekomendasi ini juga berfungsi untuk menambah pengetahuan masyarakat untuk memberi banyaknya pupuk sesuai kebutuhan. Rekomendasi pemupukan tanaman padi menggunakan pupuk majemuk dapat dilihat pada Tabel 2.1. Namun, menurut Abdulrachman dan Sembiring (2006), kebutuhan P pada tanaman padi berbeda-beda tergantung lokasi dan hasil yang diinginkan. Rekomendasi pemupukan di daerah Jember sesuai dengan sampel yang ingin diteliti dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.1 Rekomendasi pemupukan P dan K pada tanaman padi sawah dengan pupuk majemuk

Kadar status hara Tanah		Takaran pupuk majemuk (kg/ha)											
P	K	NPK 15-15-15	Tambahan pupuk tunggal			NPK 10-10-10	Tambahan pupuk tunggal			NPK 30-6-8	Tambahan pupuk tunggal		
			Urea	SP-36	KCl		Urea	SP-36	KCl		Urea	SP-36	KCl
Rendah	Rendah	250	150	0	50	350	150	0	50	350	0	50	50
	Sedang	250	150	0	0	350	150	0	0	350	0	50	0
	Tinggi	250	150	0	0	350	150	0	0	350	0	50	0
Sedang	Rendah	200	175	0	50	250	175	0	50	300	25	25	50
	Sedang	200	175	0	0	250	175	0	0	300	25	25	0
	Tinggi	200	175	0	0	250	175	0	0	300	25	25	0
Tinggi	Rendah	150	200	0	75	200	200	0	75	300	25	0	50
	Sedang	150	200	0	25	200	200	0	25	300	25	0	0
	Tinggi	150	200	0	25	200	200	0	25	300	25	0	0

Tabel 2.2 Rekomendasi pemupukan N, P dan K pada tanaman padi sawah di daerah Jember

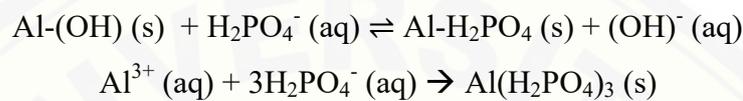
Provinsi/ Kabupaten	Kecamatan	Acuan Rekomendasi Pupuk (kg/ha)									
		Tanpa bahan organik			Dengan 5 ton jerami/ha			Dengan 2 ton pupuk kandang/ha			
		Urea	SP-36	KCl	Urea	SP-36	KCl	Urea	SP-36	KCl	
Jawa Timur, Jember	1. Kaliwates	300	75*	50	280	75*	0	275	25*	30	
	2. Sumbersari	300	75	50	280	75	0	275	25	30	
	3. Patrang	300	75*	50	280	75*	0	275	25*	30	
	4. Arjasa	300	75*	50	280	75*	0	275	25*	30	
	5. Jebluk	300	75*	50	280	75*	0	275	25*	30	
	6. Pakusari	300	75	50	280	75	0	275	25	30	
	7. Sukowono	300	75	50	280	75	0	275	25	30	
	8. Kalisat	300	75	50	280	75	0	275	25	30	
	9. Ledokombo	300	75	50	280	75	0	275	25	30	
	10. Sumberjambe	300	75	50	280	75	0	275	25	30	
	11. Mayang	300	75	50	280	75	0	275	25	30	
	12. Silo	300	75	50	280	75	0	275	25	30	
	13. Mumbulsari	300	75	50	280	75	0	275	25	30	
	14. Tempurejo	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	15. Rambipuji	300	50	50	280	50	0	275	0	30	

- : Luas hamparan sawah < 250 ha pada skala peta 1:250.000

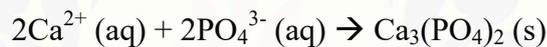
* : Takaran pupuk aktual dapat lebih rendah karena variabilitas hara tanah

(Permentan, 2007).

Fosfor di alam selalu ditemukan dalam bentuk ion fosfat (PO_4^{3-}) (Oxtoby *et al.*, 2003). Ion fosfat (PO_4^{3-}) dapat bereaksi dengan ion positif seperti ion hidronium (H_3O^+), ion kalsium (Ca^{2+}), ion kalium (K^+) atau ion ammonium (NH_4^+) serta ion positif lainnya yang bermuatan 2 atau 3. Bentuk ion fosfat (PO_4^{3-}) dalam tanah bergantung pada pH (Buckman dan Brady, 1990). Ketika berada di tanah masam, ion fosfat lebih terikat pada permukaan bermuatan positif (tepi-tepi mineral lempung) (Tan, 1982).



Ion fosfat berikatan dengan kalsium pada tanah basa. Reaksi yang terjadi yaitu:



(Tan, 1982).

2.3 Metode Potensiometri untuk Analisis Fosfat

2.3.1 Prinsip Dasar Metode Potensiometri

Potensiometri merupakan suatu metode analisis kimia, sesuai namanya yang melibatkan pengukuran potensial dari suatu sel Galvani. Secara umum sel terdiri dari dua buah setengah sel dan kita dapat menggunakan persamaan Nernst untuk menghitung nilai potensial sel. Persamaan Nernst dapat dituliskan :

$$E_{sel} = E_{sel}^0 - \frac{0,0591}{n} \times \log \frac{\text{Hasil reaksi}}{\text{Pereaksi}}$$

(Hendayana, *et al.*, 1994).

Potensiometri adalah metode analitik yang didasarkan pada pengukuran beda potensial tanpa adanya penambahan arus listrik. Metode ini membutuhkan voltmeter untuk mengukur beda potensial yang dihasilkan (Wang, 1994). Potensiometri juga melibatkan beberapa elektroda. Elektroda yang merespon ion secara spesifik sering disebut sebagai elektroda indikator dan pemilihan serta penggunaan elektroda merupakan kunci keberhasilan dari sistem potensiometri.

Jika suatu logam dapat merespon ion logam yang sejenis dalam larutan, ini tidak cukup selektif karena juga dapat merespon ion-ion logam lain. Sebagai contoh elektroda platinum dapat merespon semua pasangan reaksi redoks dalam larutan dan ini tidak selektif. Dalam potensiometri pada dasarnya menggunakan suatu elektroda dengan rancangan khusus yang selektif terhadap ion tertentu yang sering disebut elektroda selektif ion (ESI). Elektroda yang paling sering dijumpai adalah elektroda gelas yang selektif terhadap ion H^+ dan atau pH. Jenis elektroda selektif ion sangat berkembang dan perkembangan akhir-akhir ini bahkan dapat merespon tidak hanya ion tetapi juga spesies netral (Suyanta, 2013).

Pengukuran fosfat menggunakan metode Potensiometri sangat mudah karena tidak perlu tahapan analisis yang kompleks serta memerlukan bahan pereaksi yang banyak dan mahal. Metode potensiometri menggunakan sensor potensiometri berupa elektroda selektif ion (ESI) yang telah banyak digunakan dalam analisis kimia secara luas karena memiliki kelebihan selektif, peka, akurat dan teliti serta batas deteksinya cukup rendah. Pelaksanaan analisisnya yang cepat, mudah, hanya memerlukan sampel sedikit serta peralatan sederhana seperti potensio/pH-meter yang cocok untuk analisis lapang dan *on line* (Pretsch, 2007).

2.3.2 Prinsip Kerja Elektroda Kobalt dalam Analisis Fosfat secara Potensiometri

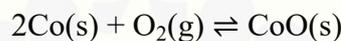
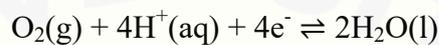
Elektroda kobalt dapat digunakan untuk mendeteksi fosfat secara selektif serta dapat merespon fosfat dengan mekanisme terjadinya oksidasi kobalt pada permukaan elektroda (Meruva dan Meyerhoff, 1996). Elektroda kobalt termasuk elektroda membran atau elektroda selektif ion (ESI) yang merupakan elektroda indikator yang secara selektif mampu mengukur aktivitas spesies ion fosfat (Skoog, *et al.*, 2007). Elektroda selektif ion (ESI) memiliki kelebihan diantaranya responnya yang cepat dan *linier range* yang besar, tidak terpengaruh oleh warna atau kekeruhan, tidak merusak (nondestruktif) sampel dan sangat murah (Wang, 1994). Elektroda kobalt untuk merespon fosfat bergantung pada konsentrasi optimum pthalat sebagai *Ionic Strength Adjustor* (ISA) yaitu 25 mM KHP dengan pH 4 (Chen, *et al.*, 1998). Pernyataan ini didukung oleh Lee, *et al.*, 2009 bahwa

kondisi pH yang baik untuk mengukur fosfat dengan elektroda kobalt yaitu pH dibawah 11.

Mekanisme yang terjadi pada elektroda kobalt sehingga dapat selektif untuk menganalisis fosfat telah disarankan oleh Meruva dan Meyerhoff (1996), sebagai berikut :

a. Tahap Oksidasi Kobalt

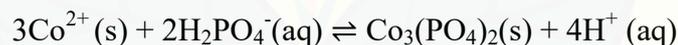
Kobalt dapat teroksidasi dalam air membentuk suatu oksida dengan biloks +2. Berikut mekanisme yang terjadi :



Reaksi oksidasi ini berjalan lambat sehingga perendaman elektroda kobalt dalam air memerlukan waktu yang cukup lama untuk menghasilkan beda potensial yang konstan.

b. Tahap Pembentukan Lapis Tipis Kobalt Fosfat

Mekanisme pada tahap ini telah diusulkan oleh Rianasari (2013). Kobalt oksida dapat membentuk suatu lapis tipis kobalt fosfat di permukaan elektroda dengan adanya fosfat dalam larutan. Berikut mekanismenya :



Reaksi ini terjadi pada pH sekitar 3-4 sehingga bentuk fosfat yang paling dominan bereaksi yakni H_2PO_4^- .

Analisis ion fosfat sudah sering dimanfaatkan belakangan ini untuk budidaya hidroponik dan pengolahan air limbah lingkungan (Tafesse dan Enemchukwu, 2011). Penentuan konsentrasi ion fosfat ini biasanya dilakukan dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) atau dengan metode spektrometri molekul uv-vis menggunakan reaksi molibdenum biru (Lopes-Ruiz, 2000). Telah diketahui bahwa metode KCKT ini memiliki kekurangan yaitu anion-anion yang dianalisis banyak terjadi tumpang tindih sehingga, pemantauan ion fosfat sulit diamati. Xiao (1995), telah mengembangkan dan memanfaatkan *Ion Selective Electrode* (ISE), karena analisis dengan ISE ini diketahui lebih murah, sederhana, cepat, dan stabil. Secara khusus, kobalt sering dijadikan bahan dasar

untuk sensor fosfat dalam bentuk ISE. Sensor fosfat yang telah dilaporkan menggunakan elektroda kobalt sebagai ISE yang permukaannya dilapisi kobalt oksida (CoO). Hasil penggunaan elektroda kobalt ini menunjukkan sangat selektifitas untuk ion dihidrogen fosfat (H_2PO_4^-) secara potensiometri dengan respon sekitar 10^{-5} - 10^{-2} mol/L fosfat dengan kemiringan anion monovalen 55 mV/pC. Elektroda ini juga dapat digunakan untuk penentuan fosfat yang terkandung dalam adenosin-5-trifosfat dan adenosin-5-difosfat (Xiao et al., 1995). Kinerja elektrokimia mikroelektroda berbasis kobalt yang perlu diperhatikan adalah karakteristiknya, batas deteksi, *life time*, waktu respon, selektivitas, reproduktifitas, respon terhadap pH, ion dan oksigen terlarut (DO) dan efek pengadukan. Mikroelektroda (modifikasi elektroda kobalt) ini menunjukkan selektivitas yang sangat baik untuk ion ortofosfat (HPO_4^{2-} dan H_2PO_4^-), sedangkan alkalinitas dan DO menunjukkan hasil mengganggu respon elektroda terhadap fosfat (Lee et al., 2009).

2.4 Voltammetri

Voltametri adalah salah satu teknik elektroanalitik dengan prinsip dasar elektroanalisis. Elektroanalisis adalah suatu teknis yang berfokus pada hubungan antara besaran listrik seperti arus, potensial atau tegangan dan hubungannya dengan parameter-parameter kimia. Voltametri memiliki kelebihan diantaranya sensitifitas tinggi, limit deteksi yang rendah, dan memiliki daerah linier yang lebar (Burns et al., 1981). Voltametri memberikan informasi mengenai analit yang didasarkan pada pengukuran arus (I) sebagai fungsi potensial ketika elektroda kerja dan elektroda indikator mengalami polarisasi. Arus yang diukur dengan teknik voltametri adalah difusi. Arus difusi adalah arus yang disebabkan oleh perubahan gradien konsentrasi pada lapisan difusi sebanding dengan konsentrasi analit dalam larutan, yang nantinya arus ini memberikan informasi mengenai konsentrasi analit (Skoog et al., 1998).

Rangkaian sel voltametri terdapat tiga elektroda diantaranya elektroda kerja (*working electrode*), elektroda pembanding (*reference electrode*) dan elektroda bantu (*counter electrode*). Elektroda kerja (W) adalah elektroda yang terjadi reaksi

reduksi atau oksidasi analit. Elektroda kerja digunakan sebagai katoda atau anoda tergantung pada jenis reaksi elektroda tersebut. Elektroda pembanding (*R*) adalah elektroda yang potensialnya dibuat tetap selama pengukuran dan digunakan untuk mengontrol arus yang mengalir pada elektroda kerja dan larutan. Elektroda bantu (*A*) adalah elektroda konduktor yang melengkapi sel. Elektroda bantu juga berfungsi untuk mengalirkan arus antara elektroda kerja dan elektroda bantu sehingga arus dapat terukur (Wang, 2000). Berikut rangkaian sel elektrokimia voltametri



Gambar 2.1 Sel elektrokimia voltametri
Sumber : Braun *et al.*, 2001

2.5 Metode Spektrofotometri UV-VIS untuk Analisis Fosfat

Spektrofotometer terdiri atas alat spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau diabsorbsikan. Jadi spektrofotometer adalah alat yang digunakan untuk mengukur energi secara relatif apabila energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang. Kelebihan spektrofotometer dibandingkan dengan fotometer adalah panjang gelombang dari sinar putih dapat

lebih terseleksi dan ini dapat diperoleh dengan alat pengurai seperti prisma, grating ataupun celah optis (Khopkar, 1990).

Spektrofotometer didasarkan pada Hukum Beer-Lambert (Khopkar, 1990). Penentuan konsentrasi analit dalam sampel dapat ditentukan menggunakan kurva kalibrasi dengan persamaan Lambert-Beer sebagai berikut:

$$A = \log \left(\frac{P_0}{P} \right) = abc$$

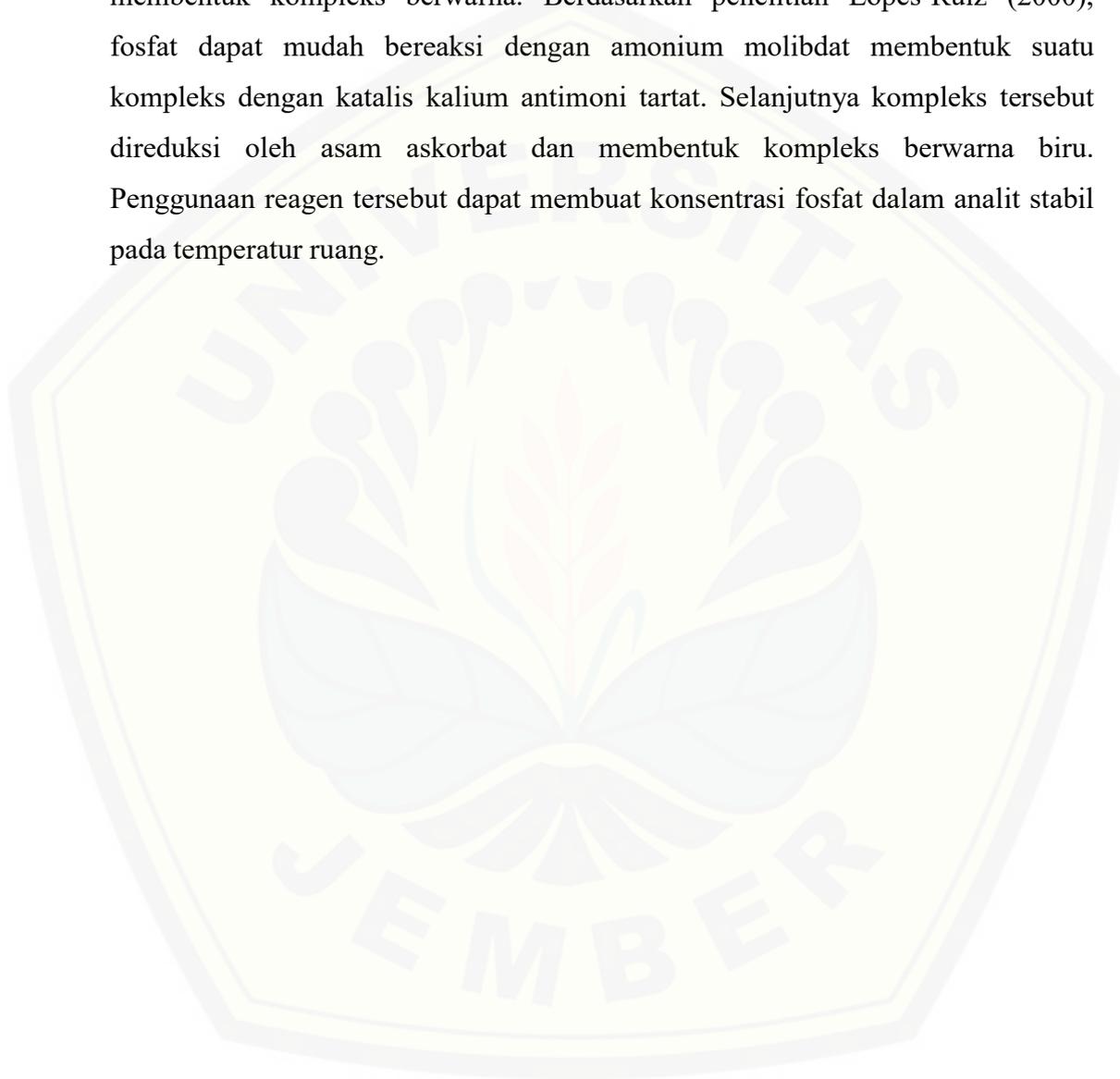
dimana A adalah adsorbansi atau cahaya yang diserap, P_0 adalah intensitas cahaya yang diberikan insiden pada panjang gelombang, P adalah intensitas ditransmisikan, b adalah tebal kuvet (cm), c konsentrasi spesies yang menyerap (g/L) dan a adalah absorptivitas ($\text{cm}^{-1} \text{g}^{-1} \text{L}$) (Day dan Underwood, 2001).

Spektrofotometri UV-Vis merupakan salah satu metode analisis yang memiliki prinsip spektrofotometri dan merupakan proses pengukuran dalam tahapan analisis. Metode ini memakai sumber radiasi elektromagnetik ultra violet dekat sekitar 190-380 nm dan sinar tampak sekitar 380-780 nm (Mulja dan Suharman, 1995). Absorpsi sinar tampak (VIS) atau ultraviolet (UV) oleh suatu molekul dapat menyebabkan terjadinya eksitasi molekul tersebut dari tingkat energi dasar ke tingkat eksitasi. Absorpsi sinar UV dan VIS oleh suatu molekul, umumnya menghasilkan eksitasi ikatan elektron (bonding), sehingga panjang gelombang absorban maksimum dapat dikorelasikan dengan absorban UV dan VIS untuk penentuan kuantitatif senyawa-senyawa yang mengandung gugus penyerap (Bintang, 2010).

Pada spektroskopi UV yang diabsorpsi adalah cahaya ultraviolet, sehingga larutan yang tidak berwarna dapat diukur. Contoh pada pengukuran aseton dan asetaldehid, seperti pada spektroskopi visibel, pada spektroskopi ultraviolet maka energi cahaya yang diserap digunakan untuk transisi elektron. Energi cahaya ultraviolet ternyata lebih besar dari energi cahaya visibel, sehingga energi ultraviolet dapat menyebabkan transisi elektron σ atau π . Metode visibel berdasarkan atas absorban sinar tampak oleh suatu larutan berwarna. Oleh karena itu, metode ini dikenal juga sebagai metode kolorimetri. Hanya larutan senyawa berwarna saja yang dapat ditentukan dengan metode ini. Senyawa yang tidak

berwarna dapat dibuat berwarna dengan mereaksikannya dengan pereaksi yang menghasilkan senyawa berwarna, contohnya ion Fe^{3+} dengan CNS^- menghasilkan larutan berwarna merah (Bintang, 2010).

Fosfat dapat terukur menggunakan metode spektrometri karena dapat membentuk kompleks berwarna. Berdasarkan penelitian Lopes-Ruiz (2000), fosfat dapat mudah bereaksi dengan amonium molibdat membentuk suatu kompleks dengan katalis kalium antimonit tartar. Selanjutnya kompleks tersebut direduksi oleh asam askorbat dan membentuk kompleks berwarna biru. Penggunaan reagen tersebut dapat membuat konsentrasi fosfat dalam analit stabil pada temperatur ruang.



BAB III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Waktu penelitian dimulai pada bulan April sampai Oktober 2019. Tempat penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

3.2 Alat dan Bahan

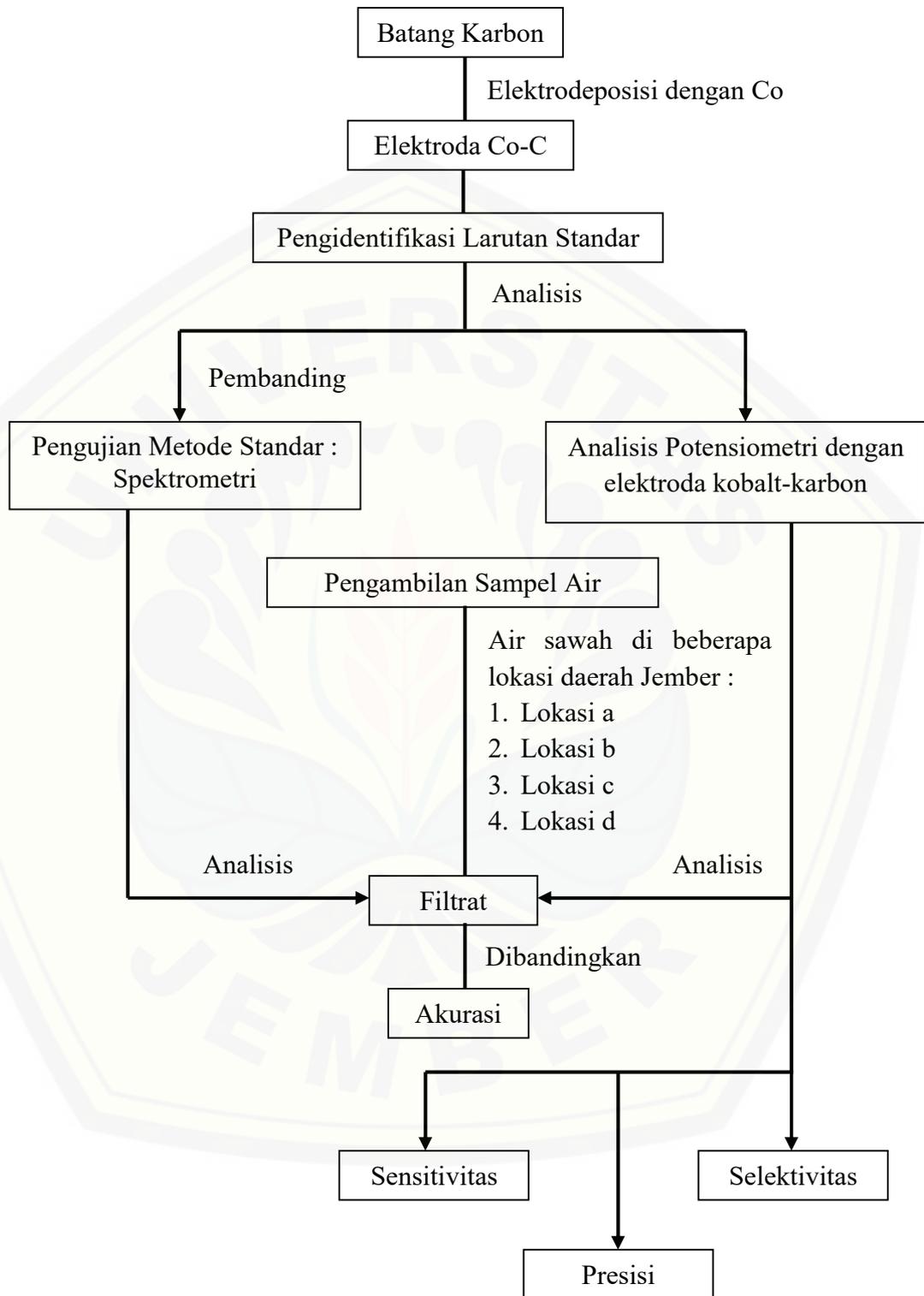
3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya pH meter, alat-alat gelas, neraca analitik, *magnetic stirrer* dan anaknya, elektroda kerja kobalt karbon, elektroda Ag/AgCl, batang *Stainless Steel*, spatula logam, *ball* pipet, spektrofotometer, potensiostat, kuvet, kertas saring, dan tisu.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya air sawah, padatan $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, padatan NH_4Cl , NH_4OH 0,02 M, NH_4OH 30% , larutan ISA KHP 0,025 M, padatan KHP, padatan $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, larutan induk fosfat 1000 ppm, larutan pereaksi fosfat pekat, larutan pewarna fosfat, ammonium molibdat, antimoni kalium tartrat ($\text{KsbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6$), asam sulfat pekat, asam askorbat, asam sulfat 2 M larutan standar nitrat 10 ppm, padatan NaNO_3 , larutan standar klorida 10 ppm, padatan NaCl , larutan standar kalsium 10 ppm, padatan CaCO_3 , larutan standar magnesium 10 ppm, padatan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan akuades.

3.3 Rancangan Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir perbandingan metode

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan Elektroda Kobalt-Karbon

Pembuatan elektroda karbon mengambil dari batang karbon baterai bekas ukuran AA dengan voltase 1,5 V yang kemudian batang karbon dibersihkan dengan akuades. Proses selanjutnya melapisi bagian permukaan batang karbon dengan epoksi resin menggunakan cetakan sedotan minuman berdiameter 0,9 cm kemudian dikeringkan pada suhu kamar. Bagian bawah batang karbon diampelas dengan alumina 0,5 μm . Elektroda karbon yang telah siap dibilas menggunakan akuades yang selanjutnya dilakukan *ultrasonic cleaning* selama 8 menit dan dikeringkan dalam suhu ruang. Elektroda karbon selanjutnya dielektrodeposisi dengan kobalt menggunakan larutan elektrolit $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Ni'mah, 2019).

3.4.2 Preparasi Sampel

Sampel air sawah yang akan dianalisis merupakan air sawah pertanian yang diambil dari 4 daerah disekitar Jalan Tawangmangu Kota Jember. Satu daerah akan diambil 1 titik dan dilakukan 3 kali pengulangan. Air sawah dapat diambil menggunakan botol plastik dan diberi nomor atau label. Sampel yang telah siap, di filtrasi terlebih dahulu sebelum di uji dengan elektroda kobalt-karbon ataupun dengan metode standar.

3.4.3 Pembuatan Larutan

a. Pembuatan Larutan Elektrolit

Larutan elektrolit yang digunakan untuk proses elektrodeposisi yaitu campuran larutan $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,01 M sebanyak 50 mL dengan 10 mL NH_4Cl 1 M. Larutan elektrolit yang telah terbentuk diatur pH nya menjadi 6 dengan menambahkan larutan NH_4OH 0,02 M (Soto, *et al.*, 1996). Pembuatan larutan elektrolit $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,01 M dilakukan dengan menimbang padatan $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,12 gram yang dilarutkan dalam akuademin dan kemudian diencerkan kedalam labu ukur 50 mL. Pembuatan larutan elektrolit pendukung yaitu NH_4Cl 1 M dilakukan dengan menimbang padatan NH_4Cl sebanyak 0,54 gram yang dilarutkan dalam akuademin dan kemudian diencerkan kedalam labu ukur 10 mL (Ni'mah, 2019).

b. Pembuatan Larutan NH_4OH 0,02 M

Pembuatan larutan NH_4OH 0,02 M dengan cara mengencerkan larutan NH_4OH 30%. Labu ukur 50 mL terlebih dahulu diisi dengan akuades secukupnya, kemudian dimasukkan NH_4OH 30% sebanyak 0,13 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

c. Pembuatan Larutan ISA 0,025 M KHP pH 4

Pembuatan larutan ISA KHP 0,025 M dilakukan dengan menimbang 0,5164 gram padatan KHP dan yang dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dengan akuades hingga tanda batas. Kemudian diatur pH-nya menjadi 4 dengan 0,02 M NH_4OH .

d. Pembuatan Larutan Induk Fosfat 100 ppm

Pembuatan larutan induk fosfat 100 ppm dengan cara menimbang padatan $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,1610 gram yang dilarutkan dalam 20 mL akuades. Larutan yang terbentuk dimasukkan ke dalam 100 mL labu ukur dengan ditambah akuades hingga tanda batas.

e. Pembuatan Larutan Standar Fosfat

Pembuatan larutan standar fosfat konsentrasi 10; 1 dan 0,1 ppm dengan cara memipet 10; 1 dan 0,1 mL larutan induk fosfat 100 ppm sedangkan untuk larutan standar fosfat konsentrasi 0,01 ppm dengan cara memipet 0,1 mL dari larutan standar fosfat 10 ppm, kemudian masing-masing konsentrasi diencerkan ke dalam labu ukur 100 mL menggunakan akuades.

f. Pembuatan Pereaksi Fosfat Pekat

Pembuatan larutan pereaksi fosfat pekat dengan cara menimbang 1,20 gram ammonium molibdat diencerkan dengan 10 mL akuades dalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya ditambahkan 0,028 gram antimoni kalium tartrat (K_2SbO_4). Asam sulfat pekat ditambahkan secara perlahan sebanyak 14 mL. Larutan diencerkan dengan akuades hingga 100 mL. Larutan ini sebaiknya disimpan ditempat yang sejuk.

g. Pembuatan Pereaksi Pewarna Fosfat

Pembuatan pereaksi pewarna fosfat ini dilakukan dengan cara melarutkan 0,106 gram asam askorbat ke dalam 2 mL pereaksi pekat fosfat. Selanjutnya

ditambahkan 2,5 mL asam sulfat 2 M. Larutan tersebut diencerkan dengan 100 mL akuades. Larutan ini sebaiknya dibuat setiap hari.

h. Pembuatan Larutan Standar Nitrat 10 ppm

Pembuatan larutan standar nitrat 10 ppm dengan cara menimbang padatan NaNO_3 sebanyak 0,137 gram diencerkan dengan 10 mL akuades. Larutan yang terbentuk dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dengan ditambah akuades hingga tanda batas.

i. Pembuatan Larutan Klorida 10 ppm

Pembuatan larutan standar klorida 10 ppm dengan cara menimbang padatan NaCl sebanyak 0,165 gram diencerkan dengan 10 mL akuades. Larutan yang terbentuk dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dengan ditambah akuades hingga tanda batas.

j. Pembuatan Larutan Kalsium 10 ppm

Pembuatan larutan standar kalsium 10 ppm dengan cara menimbang padatan CaCO_3 sebanyak 0,250 gram diencerkan dengan 10 mL akuades. Larutan yang terbentuk dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dengan ditambah akuades hingga tanda batas.

k. Pembuatan Larutan Magnesium 10 ppm

Pembuatan larutan standar magnesium 10 ppm dengan cara menimbang padatan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,846 gram diencerkan dengan 10 mL akuades. Larutan yang terbentuk dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dengan ditambah akuades hingga tanda batas.

3.4.4 Pengukuran Konsentrasi Fosfat Menggunakan Metode Potensiometri

a. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pengukuran kadar fosfat dilakukan dengan cara mengambil masing-masing 10 mL larutan standar fosfat (100; 10; 1; 0,1 dan 0,01 ppm), dimasukkan ke dalam gelas beaker. Selanjutnya setiap larutan standar ditambahkan 2 mL larutan ISA 0,025 M KHP pH 4. Elektroda kobalt-karbon dan elektroda referensi dicelupkan kedalam larutan hingga diperoleh beda potensial yang stabil. Beda potensial dicatat. Prosedur ini dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

Selanjutnya kurva kalibrasi dibuat dengan mengplotkan sumbu x dan y. Sumbu x untuk log konsentrasi dan sumbu y untuk beda potensial.

b. Pengukuran Konsentrasi Fosfat dalam Sampel

Masing-masing sampel air difiltrasi terlebih dahulu. Filtrat sampel masing-masing diambil 10 mL dan ditambah dengan 2 mL larutan ISA 0,025 M KHP pH 4 dan diaduk. Elektroda kobalt-karbon dan elektroda referensi dicelupkan kedalam larutan hingga diperoleh beda potensial yang stabil. Beda potensial dicatat. Prosedur ini dilakukan dengan 3 kali pengulangan setiap sampel daerah.

3.4.5 Pengukuran Konsentrasi Fosfat Menggunakan Metode Spektrofotometri

a. *Scanning* Panjang Gelombang

Larutan standar fosfat 10 ppm dipipet 2 mL dan ditambahkan reagen pewarna fosfat sebanyak 2 mL. Larutan dikocok hingga homogen dan didiamkan selama 15 menit. Selanjutnya larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 700-930 nm.

b. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan standar dengan konsentrasi 25, 20, 15, 10 dan 5 ppm dipipet sebanyak 2 mL. Setiap larutan standar ditambah dengan reagen pewarna fosfat sebanyak 2 mL. Larutan dikocok dan didiamkan hingga 30 menit. Larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur dengan spektrometer visible pada panjang gelombang maksimum dan dibaca absorbansi yang diperoleh. Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

c. Pengukuran Konsentrasi Fosfat dalam Sampel

10 mL sampel air dihomogenkan dengan *magnetic stirrer*. Selanjutnya ekstrak disaring. Filtrat sampel dipipet 2 mL dan ditambahkan dengan larutan pemberi warna sebanyak 2 mL. Larutan dikocok dan didiamkan hingga 15 menit. Larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur dengan spektrometer visibel pada panjang gelombang maksimum. Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

3.4.6 Karakteristik Metode Potensiometri

a. Sensitivitas

Sensitivitas dari sebuah instrumen atau metode adalah ukuran kemampuan instrumen atau metode untuk mendeteksi perbedaan konsentrasi analit yang kecil. Menurut IUPAC dalam Skoog *et al.* (2007), sensitivitas merupakan slope atau kemiringan dari kurva kalibrasi. Pengukuran sensitivitas ini dilakukan dengan metode potensiometri menggunakan elektroda kobalt-karbon. Konsentrasi larutan standar fosfat yang digunakan 0,01; 0,1; 1; 10; 100 ppm.

b. Selektivitas

Selektivitas atau spesifisitas suatu metode adalah kemampuannya yang hanya mengukur zat tertentu saja secara cermat dan seksama dengan adanya komponen lain yang mungkin ada dalam matriks sampel. Selektivitas seringkali dapat dinyatakan sebagai derajat penyimpangan (*degree of bias*). Metode selektivitas ditentukan dengan membandingkan hasil analisis sampel yang mengandung cemaran, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya dengan hasil analisis sampel tanpa penambahan bahan-bahan yang lain (Harmita, 2004). Setiap larutan standar yang telah dibuat seperti larutan standar fosfat 10 ppm, larutan standar nitrat 10 ppm, larutan klorida 10 ppm, larutan kalsium 10 ppm dan larutan magnesium 10 ppm diuji dengan masing-masing diambil 10 mL, kemudian ditambah dengan 2 mL larutan ISA 0,025 M KHP pH 4 dan diaduk. Elektroda kobalt-karbon dan elektroda referensi dicelupkan kedalam larutan hingga diperoleh beda potensial yang stabil. Beda potensial dicatat.

Besarnya tetapan selektifitas dapat ditentukan dengan rasio dari selisih antara aktivitas ion utama dan ion pengganggu dari dua pengukuran. Tetapan selektivitas dapat ditentukan dengan metode MPM (*Matched Potential Method*), dimana dengan cara menambahkan ion utama (*i*) dalam larutan baku dan diukur potensialnya begitupun dengan ion pengganggu (*j*) atau dengan cara pengukuran potensial secara terpisah. Langkah-langkah penentuan selektivitas dengan metode MPM secara praktis dapat dilakukan sebagai berikut :

1. Menghitung persamaan garis regresi ion utama
2. Menentukan konsentrasi ion pengganggu, misal $[J] = 10^{-2}$ M yang akan diukur beda potensialnya dan dinyatakan sebagai nilai Y
3. Nilai Y dimasukkan dalam persamaan nomor 1, maka di dapat nilai X
4. Menghitung nilai tetapan selektivitas dengan persamaan:

$$K_{ij}^{pot} = \frac{X}{10^{-2}}$$

Dengan nilai X yang sudah dihitung, maka nilai tetapan selektivitas (K_{ij}^{pot}) dapat diketahui.

(Suyanta, 2004).

c. Presisi

Presisi adalah variabilitas dari beberapa kali pengulangan pengukuran atau pengujian yang menggambarkan kecermatan data dan berkaitan dengan kesalahan secara acak (Kantastabrata, 2008). Kepresisian suatu sistem pengukuran diartikan sejauh mana pengulangan pengukuran dalam kondisi yang tidak berubah dan mendapatkan hasil yang sama (John, 1999). Uji presisi dapat ditentukan dengan menghitung Standar Deviasi (SD) dan nilai koefisien variasi (Kv) yang dinotasikan dengan rumus sebagai berikut :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$Kv = \left[\frac{SD}{\bar{x}} \right] \times 100\%$$

Keterangan :

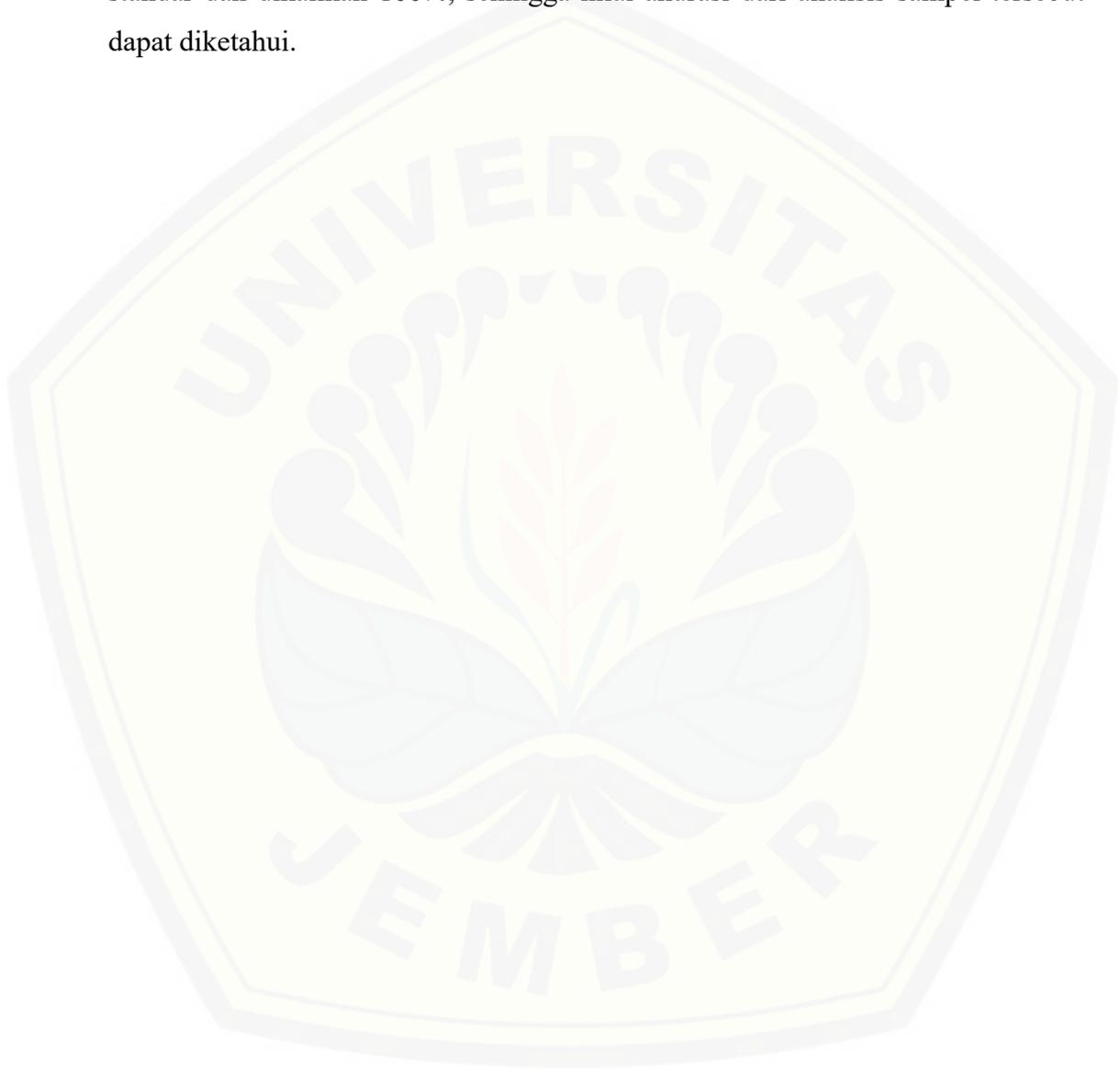
- SD = Standar deviasi
- Kv = Koefisien variasi
- x = nilai potensial yang dihasilkan
- \bar{x} = nilai potensial rata-rata
- n = jumlah pengulangan

(Miller dan Miller, 1991).

d. Akurasi

Akurasi adalah suatu ukuran kedekatan hasil analisis dengan nilai sebenarnya yang menggambarkan ketepatan data dan berkaitan dengan kesalahan sistematik

atau bias. Jadi bisa dikatakan hasil ini sebanding dengan ketepatan hasil (Kantasubrata, 2008). Perhitungan akurasi pada penelitian ini dengan membagi konsentrasi sampel yang diperoleh dari penggunaan elektroda Co-C dengan konsentrasi sampel yang diperoleh dari metode spektrofotometri sebagai metode standar dan dikalikan 100%, sehingga nilai akurasi dari analisis sampel tersebut dapat diketahui.



BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang didapat pada penelitian ini yaitu:

1. Kinerja elektroda Co-C dalam mengukur fosfat secara potensiometri ditunjukkan dengan sensitivitas yang memiliki nilai *slope* -34,2 mV dan mendekati nilai *slope* secara teori yaitu -29,5 mV. Tetapan selektifitas (K_{ij}^{Pot}) pada ion fosfat sebesar 1,12 yang lebih besar daripada K_{ij}^{Pot} ion pengganggu dan untuk parameter nilai koefisien korelasi (K_v) metode potensiometri memiliki nilai tertinggi 0,28% dan nilai terkecil 0%, sehingga dapat dikatakan pengukuran fosfat secara potensiometri sangat baik.
2. Perbandingan hasil analisis elektroda Co-C dan metode spektrofotometri terhadap sampel air sawah dapat dikatakan sangat baik, dilihat dari nilai konsentrasi sampel setiap titik daerah (A1, A2, A3 dan A4) yang mendekati nilai akurasi yang baik.

5.2 Saran

Saran dari penelitian ini yaitu:

1. Karakterisasi akurasi pada sampel sebaiknya dilakukan perlakuan tentang mikroorganisme agar konsentrasi fosfat dalam sampel lebih stabil saat dilakukannya pengukuran.
2. Karakterisasi selektivitas menggunakan metode MPM (*Matched Potensial Method*) dengan mencampurkan larutan standart ion utama dan ion pengganggu agar lebih mengetahui aktivitas ion pengganggu terhadap ion utama.

DAFTAR PUSTAKA

- Adiningsih, S. 2004. *Dinamika Hara dalam Tanah dan Mekanisme Serapan Hara dalam Kaitannya dengan Sifat-sifat Tanah dan Aplikasi Pupuk*. Jakarta: LPI dan APPI.
- Basset, J. 1994. *Buku Ajar Vogel: Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: EGC Press
- Bintang, M. 2010. *Biokimia Teknik Penelitian*. Jakarta: Erlangga.
- Braun, A.M., Hashem, T., Worner, M., & Schnabel, C. 2001. *Pollutant Degradation and Analysis by (photo) Electrolysis and VUV-Photolysis*, Selected Reading, pp 40-50. Singapore: Word Scientific Publishing Co, Pte, Ltd.
- Buckman, H. O. & Brady, N. C. *Ilmu Tanah*. Terjemahan oleh Soegiman. 1990. Bandung: ITB Press.
- Burns, D.T., Townshend, A., & Carter, A.H. 1981. *Inorganic Reaction Chemistry. Vol 2 Part B, a Source Book*. West Sussex-England: Ellis Harwood Ltd.
- Chen, Z., Grierson, P., dan Adams, M. A. 1998. Direct Determination of Phosphate in Soil Extracts by Potentiometric Flow Injection Using A Cobalt Wire Electrode [on line]. *Abstract from Analytica Chimica Acta*. Vol 363 (2-3): (191-197).
- Day, R. A. & Underwood, A. L. 2001. *Analisa Kimia Kuantitatif. Edisi Keenam*. Terjemahan oleh Iis Sopyan. Jakarta: Erlangga.
- Daloglu, I., Cho K.H., dan Scavia D. 2012. Evaluating Causes of Trends in Long-Term Dissolved Reactive Phosphorus Loads to Lake Erie. ACS Publications. *Environ. Sci. Technol.* 46 : 10660–10666.
- De Datta, SK. 1981. Principles and Practices of Rice Production. A Wiley Interscience Publication. *Jhon Willey & Sons*. New York.
- Effendi, H. 2016. River Water Quality Preliminary Rapid Assessment Using Pollution Index. *Procedia Environmental Sciences*. Pages 33.
- Enemchukwu, E. M. 2012. *Fabrication and Use of New Solid State Phosphate Ion Selective Electrodes for Monitoring Phosphorylation and Dephosphorylation Reactions*. Thesis. Africa: University of South Africa.

- Green, M. J. 1996. A Practical Guide to Analytical Method Validation Anal. *Chem News and Feature*. New York. A-309A.
- Grujicic, D. dan Batric, P. 2004. Elektrochemical and AFM Study of Cobalt Nucleation Mechanisms on Glassy Carbon from Ammonium Sulfate Solutions. *J. Electrochem. Acta*. 49 (2004) 4719-4732.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. Vol. I, No.3: 117-135.
- Hendayana, Kadarohman, Sumarna, dan Supriatna. 1994. *Kimia Analitik Instrumen. Edisi Kesatu*. Semarang: IKIP Semarang Press.
- Husnain, S.R, Ibrahim, A. 2010. *Pengelolaan Hara Silika pada Tanah Pertanian di Indonesia*. Bogor (ID: Badan Litbang Pertanian Balai Penelitian Tanah)
- John, R. T. 1999. *An Introduction to Error Analysis: The Study of Uncertainties in Physical Measurements*. ISBN 0-935702-75X : University Science Books.
- Kantasubrata, J. 2008. *Jaminan Mutu Data Hasil Pengujian : Kontrol Sampel dan Aplikasinya*. Bandung: RC Chem Learning Centre.
- Keneni, A., Assefa, F., and Prabu P. C.,. *Isolation of Phosphate Solubilizing Bacteria from the Rhizosphere of Faba Bean of Ethiopia and Their Abilities on Solubilizing Insoluble Phosphates* J. Agr. Sci. Tech., 12: 79- 89.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI-Press.
- Lee, W. H., Seo, Y., dan Bishop, P. L. 2009. Characteristics of A Cobalt-based Phosphate Microelectrode for In Situ Monitoring of Phosphate and Its Biological Application. *Sens Actuators B Chem*. Vol. 137 (1): 121-128.
- Leiwakabessy, F.M., Wahjudin U.M., dan Suwarno. 2003. *Kesuburan Tanah*. Bogor : Departemen Ilmu Tanah Fakultas Pertanian, Institut Pertanian Bogor.
- Lopez-Ruiz, B. 2000. Advances In The Determination Of Inorganic Anions By Ion Chromatography. *Journal of Chromatography, Elsevier Inc*. 881 : 607-627.
- Lumbanraja, P. 2013. Rhizosfer dan Bakteri Pelarut Fosfat. *Tugas Bahan Diskusi*. Universitas Sumatera Utara.
- Malvino, B. 1985. *Prinsip-Prinsip Elektronika Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Mawaddah, I. 2019. Komparasi Cyclic dan Linear Sweep Voltammetry pada Elektrodeposisi $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dalam Karbon Sebagai Sensor Potensiometri

- Fosfat. *Skripsi*. Jember: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
- Meruva, K. R. & Meyerhoff, M. E. 1996. Mixed Potential Response Mechanisme of Cobalt Electrodes Toward Inorganic Phosphate. *Anal. Chem.* Vol. 68. No.13: 2022-2026.
- Miller, J. C. dan Miller, J. N. 1991. *Statistika untuk Kimia Analitik. Edisi Kedua*. Terjemahan oleh Suroso. Bandung: ITB.
- Mulja, H. dan Suharman, S. 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya : Universitas Airlangga Press.
- Ni'mah, U.S. 2019. Komparasi Cyclic dan Linier Sweep Voltammetry pada Elektrodeposisi $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam Karbon Sebagai Sensor Potensiometrik Fosfat. *Skripsi*. Jember: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
- Nuri, S., dan Atikah. 2015. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan pH Optimum dalam Pembuatan Tes Kit Sianida Berdasarkan Pembentukan Hidrindatin. *Kimia Student Journal*. 1. No. 1, pp. 711-717.
- Oxtoby, D. W., Gillis, H. P., dan Nachtrieb, N. H. 2003. *Prinsip-Prinsip Kimia Modern*. Jakarta: Erlangga.
- Palomar-Pardave, Scharifker, Arce and Romero-Romo. 2005. Nucleation and Diffusion-Controlled Growth of Electroactive Centers Reduction of protons During Cobalt Electrodeposition. *J. Electrochem. Acta*. Vol. 50. pp. 4736-4745.
- Permentan. 2007. Rekomendasi Pemupukan N, P, Dan K Pada Padi Sawah Spesifik Lokasi. <http://perundangan.pertanian.go.id/admin/file/Permentan-40-07.pdf>. [Online]. Diakses pada tanggal 25 Februari 2019.
- Pourbaix, M. 1974. Atlas og Electrochemical Equilibria in Aqueous Solutions. Second ed. *NACE, Houston, TX*. P. 328.
- Pretsch, E. 2007. The New Wave of Potentiometric Ion Sensors. *Trends in Analytical Chemistry*. 26, : 46-51.
- Rahmi, M. 2017. Optimasi Deposisi Kobalt pada Karbon Sebagai Elektroda Selektif Ion Fosfat Menggunakan Larutan Ammonium Sulfat dan Ammonium Klorida. *Skripsi*. Jember: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

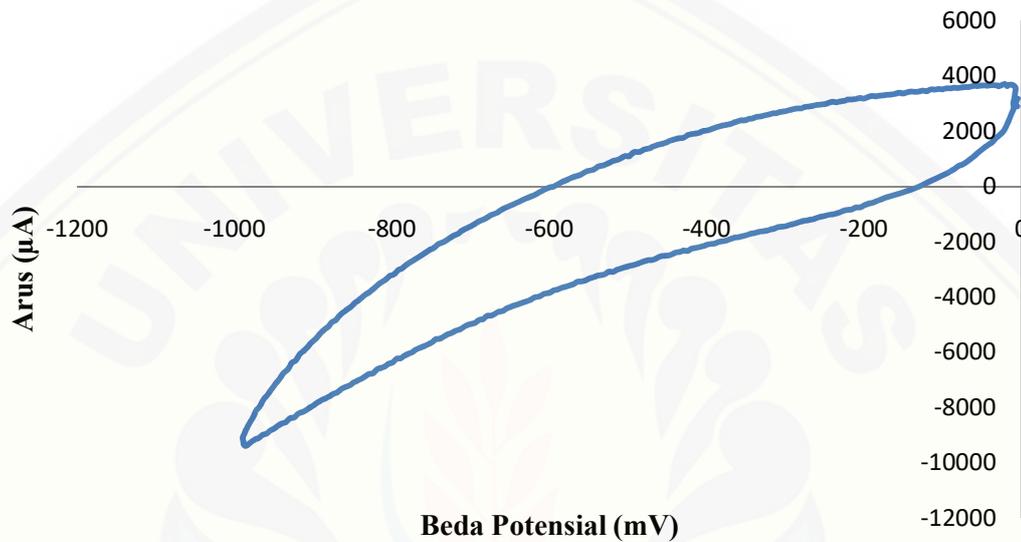
- Renica, Lila B., Kartini dan D. Jati. 2014. Pengaruh Penggunaan Pupuk Di Lahan Pertanian Terhadap Kualitas Air Pada Saluran Tersier Di Kawasan Rasau Jaya III. 1-10.
- Ridaningtyas, T.W. 2013. *Pengolahan Limbah Cair Industri Percetakan Secara Elektrolisis dengan Elektroda Karbon*. Jurnal Skripsi Kimia. Semarang: Universitas Dipenogoro.
- Rianasari, P. F. 2013. “*Flow Injection Potentiometry Menggunakan Cobalt Working Electrode untuk Mendeteksi Fosfat*”. Skripsi. Jember: Univeritas Jember.
- Sasongko, E. D., Widyastuti, E., dan Priyono, R.E. 2014. Kajian Kualitas Air Dan Penggunaan Sumur Gali Oleh Masyarakat Disekitar Sungai Kaliyasa Kabupaten Cilacap. 2014. *Program Studi Ilmu Lingkungan Program Pascasarjana UNDIP*. Volume 12, Issue 2 : 72-82.
- Sinaga, I. V., Jamilah dan Mukhlis. 2013. Kualitas Air Irigasi Di Desa Air Hitam Kecamatan Limapuluh Kabupaten Batubara. *Jurnal Online Agroekoteknologi*. Volume 2, Nomor 1 : 186-191.
- Skoog, D., Douglas. A., Holler. F., James, West, Donald. M. 1998. Principles of Instrumental Analysis. 5th ed. USA: Thompson Learning Inc.
- Skoog, D. A., Holler, F. J., dan Crouch, S. R. 2007. *Principles of Instrumental Analysis*. New York: Sounders College Publishing.
- SNI 06-6989-.31-2005. 2005. *Cara Uji Kadar Fosfat Dengan Spektrofotometer Secara Asam Askorbat*. Depok : Badan Standarisasi Nasional.
- Sujatmiko. 2010. *Analisis Kadar Fosfor dan Besi dalam Sawi Hijau (Brassica Juncea L.) Secara Spektrofotometri Sinar Tampak*. Skripsi. Yogyakarta: Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga : h. 1-62
- Suyanta. 2004. *Penentuan Tetapan Selektivitas Elektroda Selektif Ion Sistem Potensiometri Dengan Motodo MPM*. Yogyakarta : UNY-Press.
- Suyanta. 2013. *Potensiometri*. Yogyakarta : UNY-Press.
- Suyono, A.D., dan Citraresmini, A. 2010. Komposisi Kandungan Fosfor Pada Tanaman Padi Sawah (*Oryza Sativa L.*) Berasal Dari Pupuk P Dan Bahan Organik. *Bionatura-Jurnal Ilmu-ilmu Hayati dan Fisik*. Vol. 12, No. 3 : 126-135.
- Syarief, S. 1986. *Kesuburan dan pemupukan Tanah Pertanian*. Bandung : Pustaka Buana.

- Tafasse, F dan Enemchukwu, M. 2011. Fabrication of New Solid State Phosphate Selective Electrodes for Environmental Monitoring. *Talanta*. 83 : 1419-1495.
- Tan, K. H. 1982. *Dasar-Dasar Ilmu Tanah*. Alih Bahasa oleh Didiek Hadjar Goenadi. 1998. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Wang, J. 1994. *Analytical Electrochemistry*. USA: Wiley-VCH. Inc.
- Wang, J. 2000. *Analytical Electrochemistry*. Second Edition. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Wang, J. J., dan Bishop, P. L. 2010. Fabrication, Calibration And Evaluation Of A Phosphate Ion-Selective Microelectrode. *Environmental Pollution*. 158 (12) : 3612-3617.
- Worsfold, P.J. dan Zagatto, E. AG. 2017. Spectrophotometry: Overview, Second Edition. *Elsevier Inc, Oxford*. Pages 318-321.
- Xiao, D., Yuan HY., Jun Li, and Ru-Qin Yu. 1995. Surface-Modified Cobalt-Based Sensor as a Phosphate-Sensitive Electrode. *Anal. Chem, China*. 67 : 288-291.

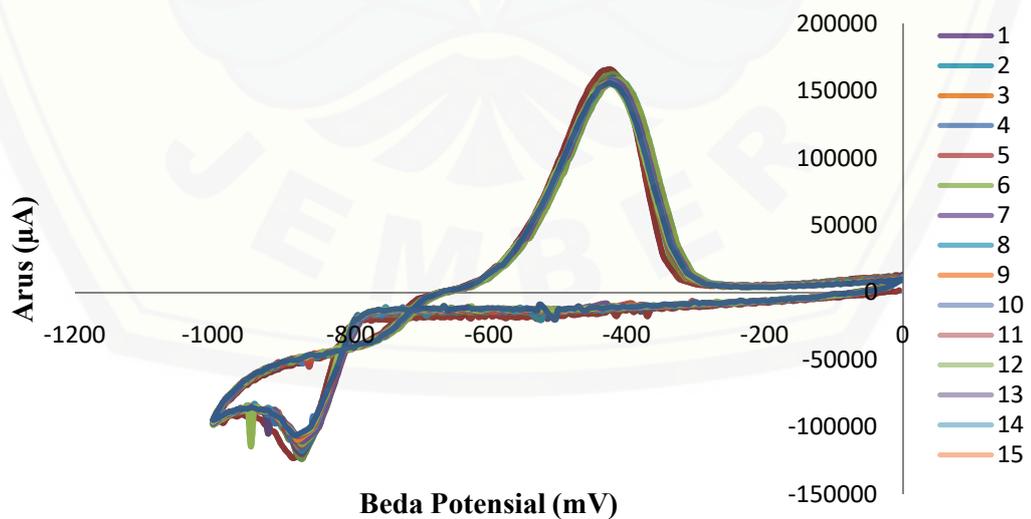
LAMPIRAN

LAMPIRAN A. HASIL ELEKTRODEPOSISI ELEKTRODA KOBALT-KARBON SECARA POTENSIOMETRI

A.1 Voltamogram larutan blanko sebagai kontrol menggunakan elektroda kobalt-karbon



A.2 Voltamogram larutan standar $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ menggunakan elektroda kobalt-karbon



LAMPIRAN B. DATA HASIL DAN PERHITUNGAN KETERULANGAN PADA UJI SENSITIFITAS ELEKTRODA KOBALT-KARBON SECARA POTENSIOMETRI

B.1 Kurva kalibrasi beda potensial larutan standar fosfat menggunakan elektroda kobalt-karbon

Konsentrasi (ppm)	Log []	Beda potensial (mV)			Rata-rata (mV)	SD	Kv (%)
		I	II	III			
0,01	-2	-356	-355	-357	-356,0	1	0,28
0,1	-1	-383	-383	-382	-382,7	0,58	0,15
1	0	-435	-437	-437	-436,3	1,16	0,27
10	1	-461	-461	-460	-460,7	0,58	0,13
100	2	-488	-488	-488	-488,0	0	0

Misal perhitungan Standar Deviasi (SD) dan Faktor Koreksi (Kv) pada konsentrasi 0,01 ppm

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{\{(-356 + 356)^2 + (-355 + 356)^2 + (-357 + 356)^2\}}{3 - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{\{(0)^2 + (1)^2 + (-1)^2\}}{2}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0 + 1 + 1}{2}}$$

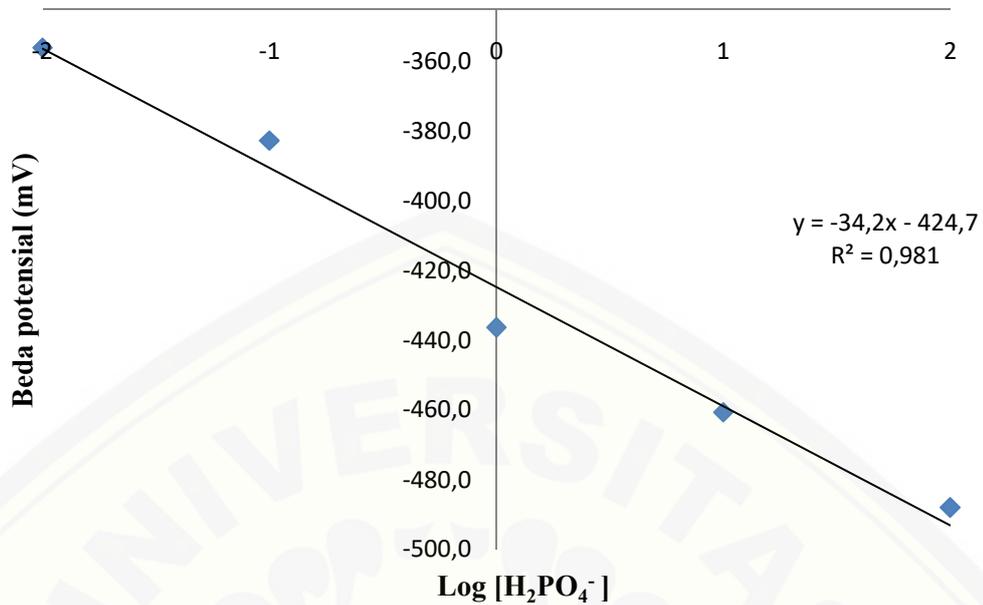
$$SD = 1$$

$$Kv = \left[\frac{SD}{\bar{x}} \right] \times 100\%$$

$$Kv = \left[\frac{1}{356} \right] \times 100\%$$

$$Kv = 0,0028 \times 100\%$$

$$Kv = 0,28\%$$



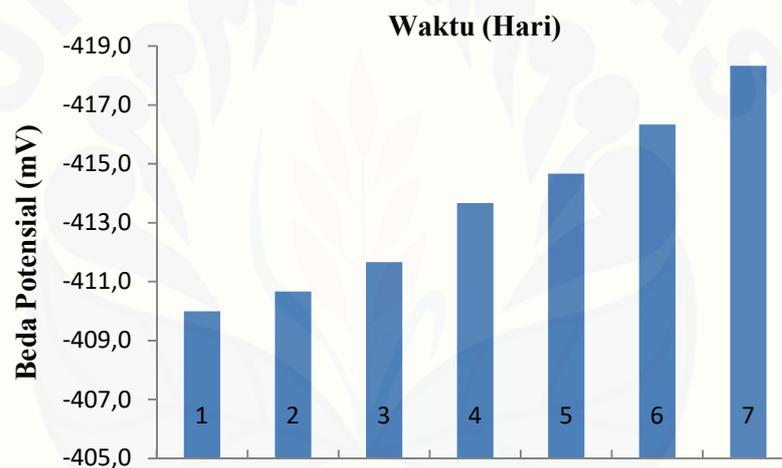
B.2 Data beda potensial sampel menggunakan elektroda kobalt-karbon secara potensiometri

Hari ke-	Beda Potensial (mV)			
	A1	A2	A3	A4
1	-420	-415	-425	-418
	-420	-415	-425	-419
	-421	-415	-425	-419
2	-424	-418	-427	-421
	-425	-419	-427	-421
	-425	-419	-428	-420
3	-431	-420	-431	-424
	-431	-421	-431	-424
	-430	-421	-431	-425
4	-434	-425	-435	-428
	-433	-424	-436	-427
	-433	-424	-436	-427
5	-440	-429	-443	-431
	-440	-428	-442	-431
	-440	-428	-442	-431
6	-444	-433	-446	-436
	-443	-433	-446	-436
	-443	-432	-447	-437
7	-448	-435	-449	-438
	-448	-436	-449	-438
	-447	-436	-449	-439

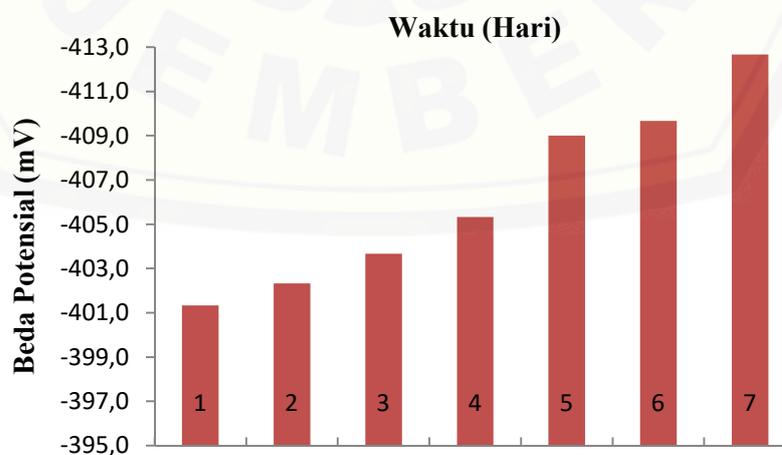
B.3 Data beda potensial rata-rata sampel menggunakan elektroda kobalt-karbon secara potensiometri

Hari ke-	Beda Potensial (mV)			
	A1	A2	A3	A4
1	-420,3	-415,0	-425,0	-418,7
2	-424,7	-418,7	-427,3	-420,7
3	-430,7	-420,7	-431,0	-424,3
4	-433,3	-424,3	-435,7	-427,3
5	-440,0	-428,3	-442,3	-431,0
6	-443,3	-432,7	-446,3	-436,3
7	-447,7	-435,7	-449,0	-438,3

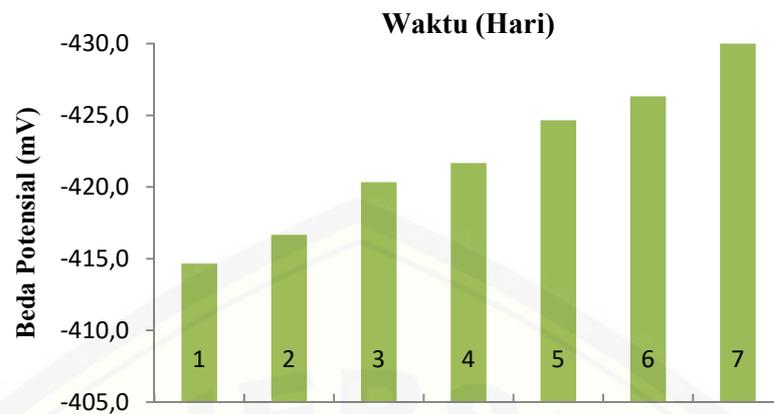
B.4 Grafik beda potensial sampel sesuai titik daerah yang diamati



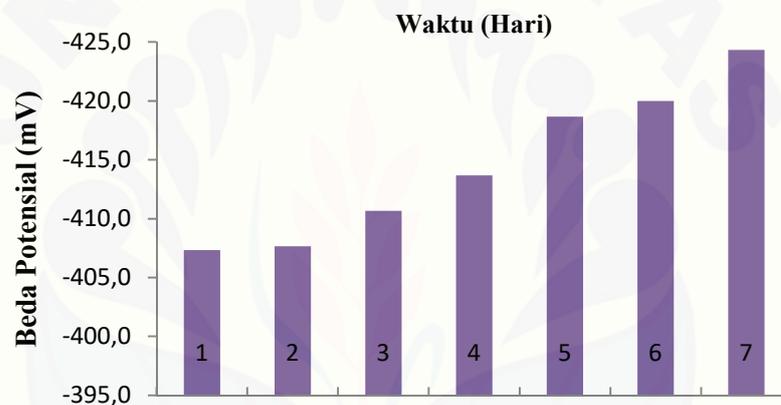
(a) Grafik beda potensial titik daerah 1



(b) Grafik beda potensial titik daerah 2



(c) Grafik beda potensial titik daerah 3



(d) Grafik daerah potensial titik daerah 4

LAMPIRAN C. DATA HASIL DAN PERHITUNGAN KOEFISIEN SELEKTIVITAS PADA UJI SELEKTIVITAS ELEKTRODA KOBALT-KARBON SECARA POTENSIOMETRI

C.1 Data beda potensial larutan standar pembanding pada konsentrasi 10 ppm menggunakan elektroda kobalt-karbon

Nama Senyawa	Beda Potensial (mV)			Rata-rata (mV)	SD	K _v (%)
	1	2	3			
Fosfat (NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O)	-461	-461	-460	-460,7	0,58	0,13
Klorida (NaCl)	247	246	246	246,3	0,58	0,24
Nitrat (NaNO ₃)	261	260	260	260,3	0,58	0,22
Magnesium (MgCl ₂ .H ₂ O)	220	220	220	220,0	0	0
Kalsium (CaCO ₃)	273	273	274	273,3	0,58	0,21
Blanko (0 ppm)	410	411	411	410,7	0,58	0,14

C.2 Perhitungan koefisien selektivitas ion fosfat terhadap ion pengganggu (senyawa lain) pada konsentrasi 10 ppm menggunakan elektroda kobalt-karbon

Nama Senyawa	Beda Potensial (mV)	Nilai x (ppm)	K_{ij}^{Pot}
Fosfat ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	-460,7	11,22	1,22
Klorida (NaCl)	246,3	$2,39 \times 10^{-20}$	$2,39 \times 10^{-21}$
Nitrat (NaNO_3)	260,3	$9,33 \times 10^{-21}$	$9,33 \times 10^{-22}$
Magnesium ($\text{MgCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	220,0	$1,41 \times 10^{-19}$	$1,41 \times 10^{-20}$
Kalsium (CaCO_3)	273,3	$3,89 \times 10^{-21}$	$3,89 \times 10^{-22}$

Persamaan kurva kalibrasi ion fosfat: $y = -34,2x - 424,7$

Misal perhitungan selektivitas senyawa klorida (NaCl) :

$$y = -34,2x - 424,7$$

$$246 = -34,2x - 424,7$$

$$246,3 + 424,7 = -34,2x$$

$$671 = -34,2x$$

$$x = -19,62$$

$$\log x = -19,62$$

$$x = 2,39 \times 10^{-20} \text{ ppm}$$

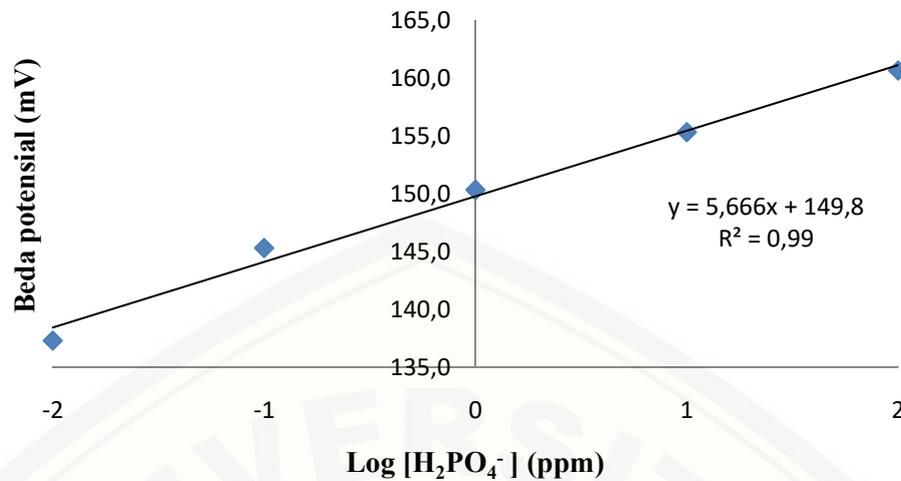
$$K_{ij}^{Pot} = \frac{x}{\text{konsentrasi}}$$

$$K_{ij}^{Pot} = \frac{2,39 \times 10^{-20} \text{ ppm}}{10 \text{ ppm}}$$

$$K_{ij}^{Pot} = 2,39 \times 10^{-21}$$

C.3 Grafik beda potensial larutan standar fosfat menggunakan elektroda karbon sebagai pembanding

Konsentrasi (ppm)	Log []	Beda potensial (mV)			Rata-rata (mV)	SD	Kv (%)
		I	II	III			
0,01	-2	137	137	138	137,3	0,58	0,42
0,1	-1	146	145	145	145,3	0,58	0,40
1	0	151	150	150	150,3	0,58	0,39
10	1	156	155	155	155,3	0,58	0,37
100	2	161	160	161	160,7	0,58	0,36



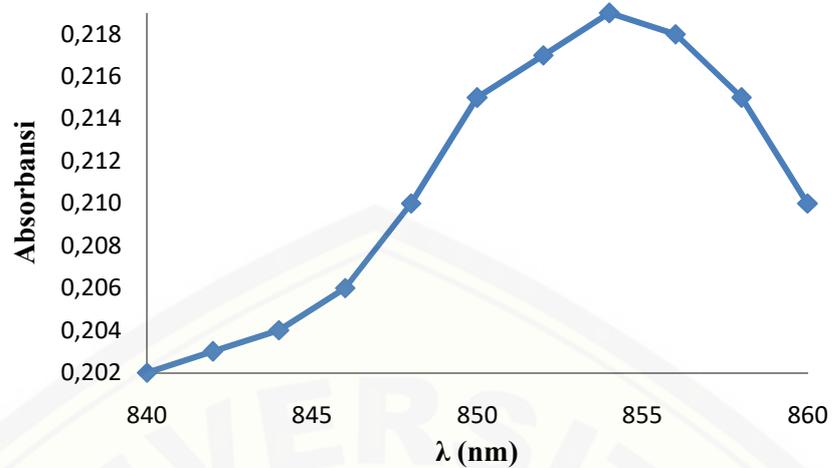
LAMPIRAN D. DATA *SCANNING* DAN PENENTUAN PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM DENGAN SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis

D.1 Data *scanning* panjang gelombang interval 10 nm

λ (nm)	Absorbansi	λ (nm)	Absorbansi
700	0.155	820	0.195
710	0.156	830	0.199
720	0.160	840	0.202
730	0.164	850	0.212
740	0.166	860	0.209
750	0.168	870	0.198
760	0.171	880	0.191
770	0.174	890	0.182
780	0.176	900	0.174
790	0.181	910	0.164
800	0.187	920	0.154
810	0.191	930	0.140

D.2 Penentuan panjang gelombang maksimum interval 2 nm

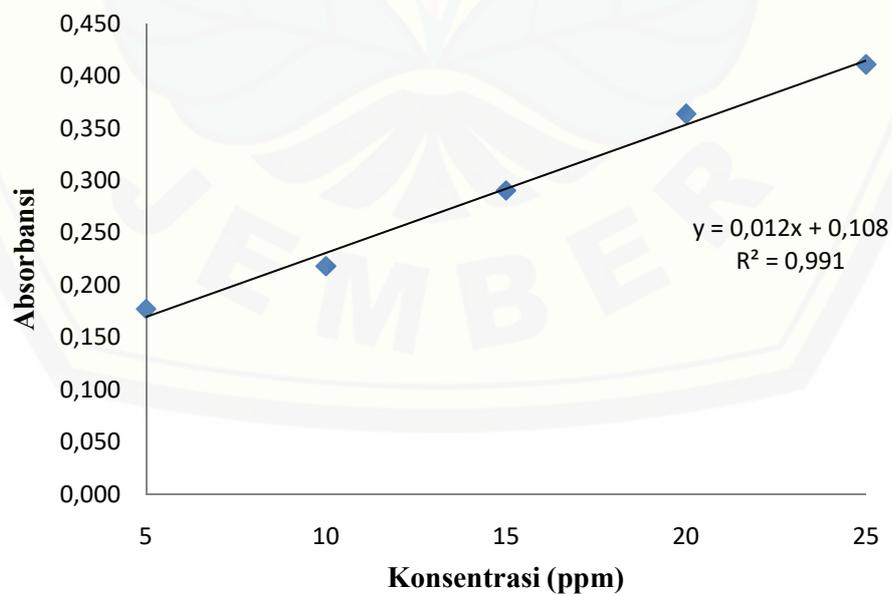
λ (nm)	Absorbansi	λ (nm)	Absorbansi
840	0.202	852	0.217
842	0.203	854	0.219
844	0.204	856	0.218
846	0.206	858	0.215
848	0.210	860	0.210
850	0.215		



LAMPIRAN E. DATA KURVA KALIBRASI

E.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Rata-rata	SD	Kv (%)
	I	II	III			
5	0,177	0,177	0,178	0,177	0,00071	0,40
10	0,218	0,219	0,218	0,218	0,00071	0,33
15	0,291	0,290	0,291	0,291	0,00071	0,24
20	0,363	0,364	0,364	0,364	0,00071	0,19
25	0,411	0,411	0,411	0,411	0	0



LAMPIRAN F. PERHITUNGAN NILAI KONSENTRASI FOSFAT DALAM SAMPEL AIR SAWAH

F.1 Penentuan konsentrasi sampel menggunakan elektroda kobalt-karbon secara potensiometri

Persamaan kurva kalibrasi : $y = -34,2x - 424,7$

Nilai beda potensial sampel :

Titik Daerah	Beda Potensial (mV)			Rata-rata (mV)	SD	K _v (%)
	1	2	3			
A1	-455	-452	-454	-453,7	1,53	0,34
A2	-444	-444	-443	-443,7	0,58	0,13
A3	-456	-455	-455	-455,3	0,58	0,12
A4	-448	-448	-448	-448,0	0	0

Misal perhitungan nilai x untuk sampel A1, dimana y adalah beda potensial sampel

$$y = -453,7$$

$$-453,7 = -34,2x - 424,7$$

$$-453,7 + 424,7 = -34,2x$$

$$-29 = -34,2x$$

$$x = 0,85$$

$$\log [H_2PO_4^-] = 0,85$$

$$[H_2PO_4^-] = 7,08 \text{ ppm}$$

Hasil perhitungan yang lain :

Titik Daerah	Beda Potensial (mV)	Intersep	Slope	Log [H ₂ PO ₄ ⁻]	[H ₂ PO ₄ ⁻] (ppm)
A1	-453,7	-424,7	-34,2	0,85	7,08
A2	-443,7	-424,7	-34,2	0,56	3,63
A3	-455,3	-424,7	-34,2	0,89	7,76
A4	-448,0	-424,7	-34,2	0,68	4,78

F.2 Penentuan konsentrasi sampel menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis

Persamaan kurva kalibrasi : $y = 0,012x + 0,108$

Nilai beda potensial sampel :

Titik daerah	Absorbansi			Rata-rata	SD	Kv (%)
	1	2	3			
A1	0,195	0,195	0,195	0,195	0	0
A2	0,160	0,159	0,160	0,160	0,00071	0,44
A3	0,203	0,204	0,207	0,205	0,0067	3,27
A4	0,168	0,168	0,165	0,167	0,0017	1,02

Misal perhitungan nilai x untuk sampel A1, dimana y adalah absorbansi sampel

$$y = 0,195$$

$$0,195 = 0,012x - 0,108$$

$$0,195 - 0,108 = 0,012x$$

$$0,087 = 0,012x$$

$$x = 7,25 \text{ ppm}$$

Hasil perhitungan yang lain :

Titik Daerah	Absorbansi	Intersep	Slope	[H ₂ PO ₄ ⁻] (ppm)
A1	0,195	0,108	0,012	7,25
A2	0,160	0,108	0,012	4,33
A3	0,205	0,108	0,012	8,08
A4	0,167	0,108	0,012	4,92

LAMPIRAN G. PERHITUNGAN AKURASI SAMPEL DENGAN ELEKTRODA Co-C DAN METODE SPEKTROFOTOMETRI

G.1 Hasil akhir konsentrasi kedua metode

Titik Daerah	Potensiometri (ppm)	Spektrofotometri (ppm)	Akurasi (%)
A1	7,08	7,25	98
A2	3,63	4,33	84
A3	7,76	8,08	96
A4	4,78	4,92	97

Misal perhitungan nilai akurasi pada titik daerah A1 sebagai berikut :

$$\%Akurasi = \frac{\text{Konsentrasi sampel metode potensiometri}}{\text{Konsentrasi sampel metode spektrofotometri}} \times 100\%$$

$$\%Akurasi = \frac{7,08}{7,25} \times 100\%$$

$$\%Akurasi = 0,98 \times 100\%$$

$$\%Akurasi = 98 \%$$

LAMPIRAN H. GRAFIK PERBANDINGAN HASIL KONSENTRASI SAMPEL MENGGUNAKAN ELEKTRODA KOBALT-KARBON DENGAN METODE SPEKTROMETRI VISIBEL

