



**PENENTUAN KADAR FOSFAT DALAM TANAH
PERTANIAN MENGGUNAKAN ELEKTRODA
KOBALT-KARBON (Co-C)**

SKRIPSI

Oleh
Lia Indah Wardiyani
NIM 151810301014

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



**PENENTUAN KADAR FOSFAT DALAM TANAH
PERTANIAN MENGGUNAKAN 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
Lia Indah Wardiyani
NIM 151810301014

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

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda Anton Udiyanto yang mengajarkan arti perjuangan, bertahan dan pantang menyerah untuk melewati masa-masa sulit yang terjadi, Ibunda Warsiningsih yang mengajarkan arti kesabaran, keikhlasan dan tawakkal untuk selalu mensyukuri semua nikmat yang telah Allah SWT beri;
2. Keluarga tercinta, nenek, buyut, Tante Merry, dan semua saudara yang telah mendukung, mendoakan, dan memberi limpahan kasih sayang dengan tulus sampai saat ini;
3. Bapak/Ibu guru TK Al-Hidayah IV, SDN 2 Dawuhan, SMPN 1 Situbondo, SMAN 1 Situbondo. Bapak/Ibu dosen kimia, teknisi jurusan kimia, dan segenap karyawan FMIPA Universitas Jember yang telah membimbing, mendidik dan memberikan ilmu serta pengalamannya;
4. Teman-teman seangkatan dan seperjuangan Kimia 2015 (CHRYPTON), keluarga besar Jurusan Kimia FMIPA, serta almamater Universitas Jember
5. Sahabat-sahabatku Zakiyah, Griselda, Diva, Adella, Alif, Fia, Wulan, Nia, dan Frida Kristining Tyas terima kasih karena telah menyemangati, memotivasi, memberi saran yang sangat berkesan dan berarti;
6. Rekan satu tim penelitian Daniyah Nurhasanah yang telah sabar, tekun, telaten saat bekerja sama di Laboratorium, teman seperjuangan di Laboratorium Desi, Ira, Meidy, Rosalita, Umi, Nasrul terima kasih atas dukungan, semangat dan perhatian yang diberikan selama ini;
7. Sahabat karib di kosan Ine dan Kamelia, dan teman-teman Kos Srikandi Squad lainnya, teman-teman KKN 73 Prajeakan Lor Dynasty, Vita, Ellenda, Fitri, Ami, dll terima kasih telah memberi warna selama di Jember dan saat terjun di masyarakat.

MOTO

Katakanlah, wahai hamba-hambaKu yang melampaui batas terhadap diri mereka sendiri, janganlah kamu berputus asa dari rahmat Allah. Sesungguhnya Allah mengampuni dosa-dosa semuanya. Sesungguhnya Allah Maha Pengampun lagi Maha Penyayang (terjemahan Surat *Az-Zumar* ayat 53).^{*)}

Jika Allah menolong kamu, maka tidak ada orang yang dapat mengalahkan kamu, jika Allah membiarkan kamu (tidak memberi pertolongan), maka siapakah gerangan yang dapat menolong kamu (selain) dari Allah sesudah itu? Karena itu, hendaklah kepada Allah saja orang-orang mukmin bertawakkal (terjemahan Surat *Ali-Imran* ayat 160).^{**)}

^{*)} Departemen Agama Republik Indonesia. 2010. *Al-Quran dan Terjemahannya*. Bandung: CV. Pustaka Agung Harapan.

^{**)} Departemen Agama Republik Indonesia. 2012. *Al-Quran dan Terjemahannya*. Bandung: CV. Diponegoro

PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Lia Indah Wardiyani

NIM : 151810301014

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “Penentuan Kadar Fosfat dalam Tanah Pertanian Menggunakan Elektroda Kobalt-Karbon (Co-C)” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta 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 manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 10 Januari 2020

Yang menyatakan,

Lia Indah Wardiyani

NIM 151810301014

SKRIPSI

**PENENTUAN KADAR FOSFAT DALAM TANAH
PERTANIAN MENGGUNAKAN ELEKTRODA
KOBALT-KARBON (Co-C)**

Oleh

Lia Indah Wardiyani
NIM 151810301014

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 Tanah Pertanian Menggunakan Eloktroda Kobalt-Karbon (Co-C)” karya Lia Indah Wardiyani Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Mipa dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

Tim Penguji:

Ketua,

Anggota I,

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

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

NIP. 196605291993031003

NIP. 198809242014041001

Anggota II,

Anggota III,

Tanti Haryati, S.Si., M.Si

Tri Mulyono, S.Si., M.Si

NIP. 198010292005012002

NIP. 196810021998021001

Mengesahkan,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Drs. Ahmad Syaifullah, M.Sc., Ph.D.

NIP. 195910091986021001

RINGKASAN

Penentuan Kadar Fosfat dalam Tanah Pertanian Menggunakan Elektroda Kobalt-Karbon (Co-C) Lia Indah Wardiyani, 151810301014; 2020; 65 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Tanah pertanian atau yang lebih dikenal dengan tanah persawahan merupakan tanah yang digunakan untuk menanam padi sawah bergiliran dengan tanaman palawija, hortikultura dan tanaman semusim lainnya yang berlangsung terus menerus sepanjang tahun. Unsur hara makro yaitu N, P dan K yang terkandung dalam tanah pertanian dibutuhkan tanaman dalam jumlah yang cukup banyak. Penyerapan fosfor oleh tanaman biasanya dalam bentuk ion fosfat anorganik terutama H_2PO_4^- dan HPO_4^{2-} . Kadar fosfor yang diserap oleh tanah berkisar antara 10-15%. Unsur fosfor di alam yang berikatan dengan oksigen disebut dengan senyawa fosfat.

Pengukuran kadar fosfat dalam tanah dilakukan dalam bentuk cair sehingga sampel perlu diekstraksi dengan menambahkan larutan pengekstrak yaitu Kelowna. Filtrat hasil ekstraksi di analisis menggunakan metode potensiometri dan spektrometri. Metode potensiometri pada penelitian ini digunakan untuk mengukur kadar fosfat pada tanah pertanian dengan memanfaatkan elektroda kobalt-karbon (Co-C) hasil elektrodeposisi, dimana nilainya akan dibandingkan dengan metode standar yaitu Spektrometri Visibel. Elektroda Co-C yang digunakan pada metode potensiometri dibuat terlebih dahulu dari batang karbon baterai bekas yang permukaannya di elektrodeposisi dengan kobalt menggunakan larutan $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ secara voltametri. Elektroda tersebut dapat merespon ion fosfat melalui proses oksidasi kobalt pada permukaan elektroda sehingga membentuk lapis tipis $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$ yang dapat menghasilkan beda potensial. Penelitian ini menggunakan elektroda Co-C sebagai elektroda kerja bertujuan untuk mempelajari suatu karakteristik metode potensiometri

berupa sensitivitas, selektivitas dan presisi pada larutan standar. Analisis sampel dapat diketahui dengan menghitung nilai konsentrasi fosfat pada metode potensiometri dan spektrometri sehingga akan diperoleh nilai akurasi dan korelasi antara kedua metode yang diharapkan sebanding.

Pengukuran menggunakan metode potensiometri menghasilkan nilai sensitivitas sebesar 28,01 mV/dekade, nilai selektivitas yang diperoleh menunjukkan $K_{ij}^{Pot} < 1$, dapat diartikan bahwa pengaruh interferensi ion asing yaitu NO_3^- , NH_4^+ , K^+ dan Cl^- tidak mempengaruhi pengukuran ion utama. Sedangkan, nilai presisi dapat diketahui dengan menghitung nilai K_v dan dikatakan baik karena pada konsentrasi 0,01; 0,1; 1; 10 dan 100 ppm $< 5\%$. Perolehan nilai akurasi menunjukkan bahwa pada daerah T1, T3 dan T4 memiliki akurasi yang baik, sedangkan nilai akurasi sampel pada daerah T2 kurang baik. Hasil pengukuran yang diperoleh menggunakan elektroda Co-C secara potensiometri yang dibandingkan dengan metode standar spektrometri pada sampel menunjukkan korelasi yang linier dengan nilai *slope* sebesar 0,998 yang nilainya mendekati 1, sehingga nilai konsentrasi fosfat dalam tanah dapat dikatakan sebanding antara metode potensiometri dengan metode spektrometri.

PRAKATA

Puji syukur atas segala rahmat dan karunia yang dilimpahkan Allah SWT, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Penentuan Kadar Fosfat dalam Tanah Pertanian Menggunakan Eloktroda Kobalt-Karbon (Co-C)”. Skripsi ini disusun untuk memnuhi 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:

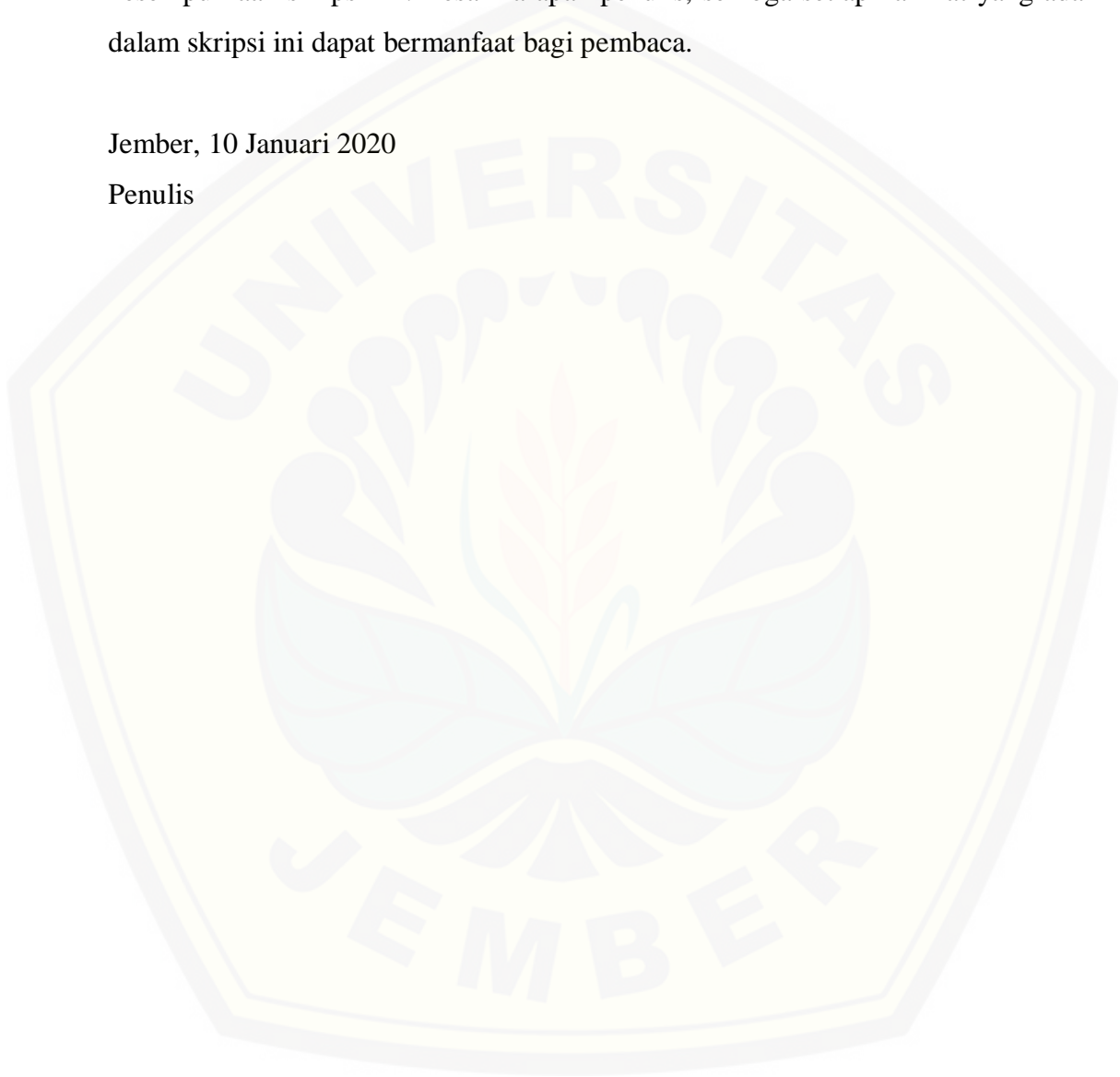
1. Drs. Sujito, Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Yudi 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 Tri Mulyono, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya guna menguji, serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Agung Budi Santoso, S.Si., M.Si., dan Ika Oktavianawati, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Akademik awal dan pengganti yang telah memberikan arahan dan bimbingan dalam menyelesaikan studi di Jurusan Kimia;
6. Kepala Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
7. Asnawati, S.Si., M.Si selaku Ketua Laboratorium Analitik yang telah memberikan ijin tempat penelitian;
8. Segenap dosen pengajar Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember yang telah memberikan banyak ilmu dan pengetahuan;

9. Teknisi-teknisi Laboratorium Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
10. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu

Penulis menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Besar harapan penulis, semoga setiap kalimat yang ada dalam skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Jember, 10 Januari 2020

Penulis



DAFTAR ISI

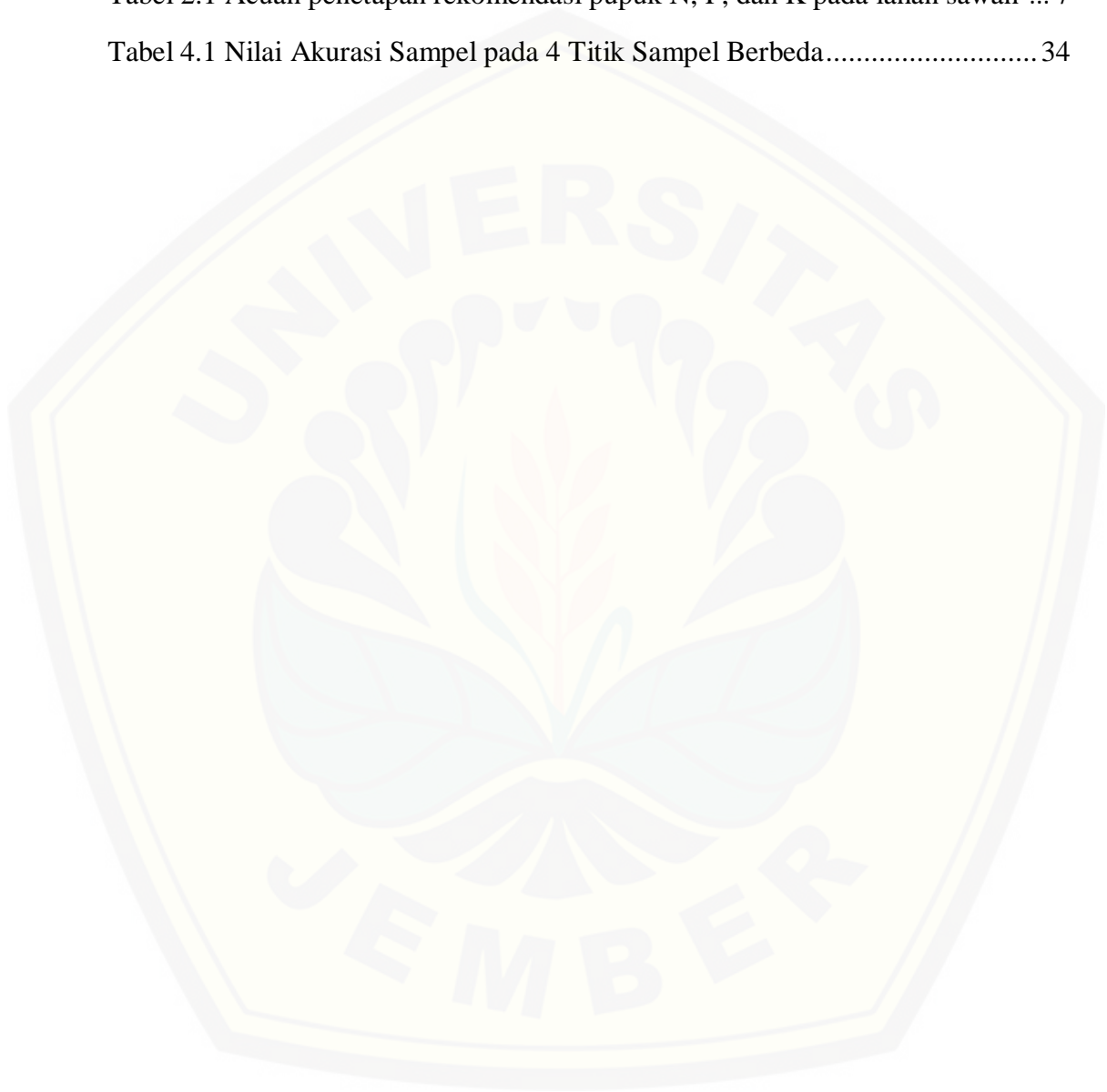
	Halaman
HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	iv
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan	4
1.4 Manfaat	4
1.5 Batasan Masalah	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Tanah Pertanian dan Kandungan Unsur Hara	5
2.2 Metode Analisis Tanah	9
2.2.1 Sampling dan Ekstraksi	9
2.2.2 Teknik Pengukuran Spektrofotometri UV-Vis	11
2.2.3 Teknik Pengukuran Potensiometri	12
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	15
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	15

3.2	Alat dan Bahan Penelitian	15
3.2.1	Alat.....	15
3.2.2	Bahan.....	15
3.3	Rancangan Penelitian	16
3.4	Prosedur Penelitian	17
3.4.1	Pembuatan Elektroda Kobalt-Karbon.....	17
a.	Pembuatan Elektroda Kobalt-Karbon	17
3.4.2	Pengambilan Sampel.....	17
3.4.3	Pembuatan Larutan Elektrolit dan Larutan Standar	17
a.	Pembuatan Larutan Elektrolit	17
b.	Pembuatan Larutan Asam Asetat Glisial 5 M.....	18
e.	Pembuatan Larutan NH_4OH 0,02 M	18
f.	Pembuatan Larutan ISA 0,025 M KHP pH 4	18
g.	Pembuatan larutan Induk Fosfat 1000 ppm.....	18
h.	Pembuatan Larutan Standar Fosfat	19
i.	Pembuatan Pereaksi Fosfat Pekat	19
j.	Pembuatan Pereaksi Pewarna Fosfat.....	19
k.	Pembuatan Larutan Standar Nitrat 10 ppm	19
l.	Pembuatan Larutan Klorida 10 ppm	19
m.	Pembuatan Larutan Kalium 10 ppm	19
n.	Pembuatan Larutan Amonium 10 ppm	20
3.4.4	Pengukuran Konsentrasi Fosfat Menggunakan Metode Potensiometri	20
a.	Sensitivitas.....	20
b.	Selektivitas.....	20
c.	Presisi	21
3.4.5	Pengukuran Konsentrasi Fosfat Menggunakan Metode Spektrometri	22

a.	<i>Scanning Panjang Gelombang</i>	22
b.	Pembuatan Kurva Kalibrasi	22
3.4.6	Analisis Fosfat pada Sampel Tanah Pertanian.....	22
a.	Pengukuran Konsentrasi Fosfat dengan Metode Potensiometri	22
b.	Pengukuran Konsentrasi Fosfat dengan Metode Spektrometri	22
c.	Akurasi	23
d.	Pembuatan grafik	23
BAB 4.	HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1	Elektrodeposisi Permukaan Batang Karbon dengan Kobalt	24
4.2	Analisis Fosfat Menggunakan Metode Potensiometri dan Metode Spektrometri	28
4.2.1	Metode Potensiometri.....	28
4.2.2	Metode Spektrometri.....	31
4.3	Analisis Fosfat pada Sampel Tanah Petanian	33
BAB 5.	PENUTUP	36
5.1	Kesimpulan	36
5.2	Saran	36
DAFTAR PUSTAKA	37
LAMPIRAN	42

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Acuan penetapan rekomendasi pupuk N, P, dan K pada lahan sawah ...	7
Tabel 4.1 Nilai Akurasi Sampel pada 4 Titik Sampel Berbeda.....	34



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 4.1 Voltamogram Elektroda Kobalt-Karbon (Co-C) metode <i>cyclic voltammetry</i> menggunakan larutan elektrolit (0,01 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1 M NH_4Cl + 0,02 M NH_4OH) dan Kontrol (Akuades).....	25
Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fosfat dengan Metode Potensiometri	29
Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fosfat dengan Metode Spektrometri	32
Gambar 4.4 Hubungan Konsentrasi antara Metode Potensiometri dan Spektrometri pada Sampel	34

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
LAMPIRAN A. HASIL VOLTAMOGRAM ELEKTRODA Co-C.....	42
LAMPIRAN B. DATA HASIL UJI SENSITIVITAS ELEKTRODA Co-C DENGAN POTENSIOMETRI	43
LAMPIRAN C. DATA HASIL UJI SELEKTIFITAS ELEKTRODA Co-C DENGAN TEKNIK POTENSIOMETRI.....	45
LAMPIRAN D. DATA SCANNING DAN PENENTUAN PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM MENGGUNAKAN METODE SPEKTROMETRI.....	48
LAMPIRAN E. DATA KURVA KALIBRASI METODE SPEKTROMETRI .	50
LAMPIRAN F. PERHITUNGAN KADAR AIR	51
LAMPIRAN G. PERHITUNGAN NILAI KONSENTRASI FOSFAT DALAM SAMPEL TANAH PERTANIAN.....	52
LAMPIRAN H. PERHITUNGAN NILAI AKURASI SAMPEL TANAH PERTANIAN	55
LAMPIRAN I. GRAFIK PERBANDINGAN KONSENTRASI PADA METODE POTENSIOMETRI ELEKTRODA Co-C DENGAN METODE STANDAR SPEKTROMETRI.....	56

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tanah pertanian merupakan tanah yang digunakan untuk menanam padi sawah bergiliran dengan tanaman palawija, hortikultura dan tanaman semusim lainnya yang berlangsung terus menerus sepanjang tahun (Hardjowigeno dan Rayes, 2005). Rendahnya produktivitas lahan sawah merupakan permasalahan yang selalu muncul dalam penggunaan tanah pertanian. Hal ini dapat dibuktikan dengan meningkatnya kebutuhan beras sebagai bahan makanan pokok sebagian penduduk Indonesia yaitu sebesar 2,23 % /tahun dan tidak diimbangi dengan produksi yang cukup (Arafah, 2003). Kebutuhan beras di Indonesia setiap tahunnya mencapai 32 juta ton, sedangkan produksi nasional tiap tahunnya hanya memproduksi sekitar 31,5 juta ton (Darma, 2007). Pemupukan merupakan salah satu cara yang dapat dilakukan untuk meningkatkan produktivitas lahan sawah terutama untuk mencukupi kebutuhan unsur hara utama. Pemberian pupuk juga harus dilakukan tepat sasaran dengan dosis yang sesuai kebutuhan agar dihasilkan padi dalam jumlah optimal. Dosis anjuran pemupukan untuk tanaman padi yaitu 250 kg Urea /ha, 100 kg SP-36 /ha, dan 100 kg KCl /ha (Deptan, 2007).

Unsur hara utama atau unsur hara makro yang terkandung di dalam tanah pertanian diantaranya yaitu N, P dan K yang dibutuhkan tanaman dalam jumlah cukup banyak. Contohnya yaitu pada tanaman padi, untuk setiap 5 ton ha⁻¹ tanaman padi membutuhkan kandungan nitrogen berkisar antara 75-120 kg ha⁻¹, fosfor berkisar antara 20-25 kg ha⁻¹, dan kalium berkisar antara 23-257 kg ha⁻¹ (Husnain dan Ibrahim, 2010). Pengolahan hara yang tidak berimbang menyebabkan penurunan hasil padi hingga 40%, bahkan jika pengolahan tanaman tidak dilakukan dengan baik maka kehilangan hasil padi mampu mencapai 60% dari potensi hasilnya (Dobermann dan Fairhurst, 2000).

Fosfor (P) merupakan salah satu unsur hara makro yang dibutuhkan tanaman dalam jumlah besar setelah N. Kadar fosfor yang diserap oleh tanah sawah dalam bentuk pupuk berkisar antara 10-15%. Pengelolaan yang efektif

terhadap fosfor yang keberadaannya dalam tanah berbentuk ion fosfat (PO_4^{3-}) adalah salah satu faktor penting untuk meningkatkan produksi pertanian (Simamora, 2016). Selama ini pemberian pupuk fosfat tidak efisien, karena ketidaktahuan petani bahwa pemberian pupuk yang dilakukan setiap musim tanam akan menghasilkan residu pada penanaman berikutnya (Anwar dan Susilawati, 2009). Residu yang dihasilkan merupakan akibat dari pembentukan P yang terikat dengan unsur lain seperti Al, Fe, dan Ca di dalam tanah (Adiningsih, 2004). Pengukuran konsentrasi fosfor dalam tanah dilakukan dalam bentuk cair sehingga sampel perlu diekstraksi. Ekstraksi fosfor ini bisa dilakukan dengan menambahkan suatu larutan pengeksrak cairan seperti air, larutan garam lemah atau asam lemah (Pierzynski *et al.*, 2005). Ekstraktan yang pernah digunakan untuk mengekstrak fosfor dalam tanah diantaranya yaitu Morgan Wolf (Beck, 2000), H_2O (Sobeck dan Ebeling, 2007) dan Kelowna (Van Lierop, 1988).

Penggunaan beberapa metode analitik telah banyak dilakukan untuk menentukan kadar fosfor maupun fosfat dalam tanah. Pierzynski *et al.* (2005), melaporkan bahwa penentuan fosfat dalam tanah dapat dilakukan menggunakan metode *Inductively Coupled Plasma (ICP)* yang dibandingkan dengan metode *Colorimetric*, namun metode ini masih menggunakan sampel dalam jumlah banyak dan peralatan yang mahal. Siswoyo (2013) juga telah mengembangkan penelitian penentuan kadar fosfat dalam tanah menggunakan elektroda selektif ion (ESI) kobalt dengan teknik *flow injection analysis* dan menunjukkan bahwa hasil pengukuran sensitivitas masih sangat rendah yaitu sebesar 7,890 mV/dekade. Menurut Sukaton (2014), elektroda kobalt dapat merespon ion fosfat melalui proses oksidasi kobalt pada permukaan elektroda sehingga membentuk lapis tipis $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$ yang dapat menghasilkan beda potensial. Penelitian yang telah dilakukannya yaitu mengenai kinerja metode potensiometri dengan ekstraktor portabel untuk menentukan kadar fosfat dalam tanah. Penggunaan elektroda kawat kobalt murni pada metode tersebut memberikan nilai sensitivitas yang lebih besar yaitu 28,47 mV/dekade. Mawaddah (2019), telah mengembangkan pengukuran kadar fosfat menggunakan elektroda Co-C dengan larutan elektrolit $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ yang menghasilkan nilai sensitivitas lebih besar pada metode *linier sweep*

voltammetry yaitu 31,7 mV/dekade. Ni'mah (2019), juga melakukan penelitian yang sama namun dengan larutan elektrolit berbeda yaitu $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang menghasilkan nilai sensitivitas lebih besar pada metode *cyclic voltammetri*.

Pemilihan daerah pengambilan sampel pada 4 daerah sawah di Jalan Danau Toba karena selain dekat dengan lokasi penelitian, pada daerah tersebut tanah sawah yang digunakan untuk menanam padi mengandung senyawa fosfat yang berlebih. Penelitian kali ini melaporkan sebuah upaya pengembangan sensor dengan elektroda Co-C untuk mengukur kadar fosfat dalam tanah pertanian menggunakan metode potensiometri. Keuntungan penggunaan metode potensiometri itu sendiri yaitu memiliki sensitivitas yang baik, peralatan yang cukup terjangkau dan pendeteksian yang cepat. Analisis karakterisasi pengukuran yang akan diteliti yaitu nilai sensitivitas, selektivitas, akurasi dan presisi. Hasil pengukuran yang diperoleh dari elektroda Co-C yang menggunakan metode potensiometri dibandingkan dengan metode standar yaitu Spektrofotometri UV-Vis.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang diatas, maka dapat disusun rumusan masalah sebagai berikut :

1. Bagaimana kinerja elektroda Co-C secara potensiometri dalam mengukur kandungan fosfat pada sampel tanah pertanian yang meliputi sensitivitas, selektivitas, dan presisi?
2. Bagaimana nilai akurasi dan korelasi yang diperoleh dari hasil perhitungan konsentrasi pada metode potensiometri menggunakan elektroda Co-C yang dibandingkan dengan metode standar spektrometri?

1.3 Tujuan

Tujuan yang ingin dicapai dari rumusan masalah tersebut yakni sebagai berikut :

1. Mempelajari kinerja elektroda Co-C secara potensiometri dalam mengukur kandungan fosfat pada sampel tanah pertanian yang meliputi sensitivitas, selektivitas, akurasi dan presisi?
2. Mengetahui nilai akurasi dan korelasi yang diperoleh dari hasil perhitungan konsentrasi pada metode potensiometri menggunakan elektroda Co-C yang dibandingkan dengan metode standar spektrometri?

1.4 Manfaat

Manfaat penelitian yaitu diharapkan menjadi informasi penting tentang penggunaan elektroda Co-C untuk pengukuran sampel fosfat dalam tanah pertanian yang dibandingkan dengan metode standar yaitu Spektrofotometri UV-Vis. Hasil penelitian ini juga memberi manfaat dalam bidang pertanian sebagai dasar untuk melakukan tindakan pemupukan agar dosis pupuk yang diberikan tepat sasaran.

1.5 Batasan Masalah

Mengingat banyaknya masalah yang berpengaruh pada penelitian ini, maka perlu adanya batasan masalah sebagai berikut :

1. Sampel yang digunakan pada penelitian ini merupakan tanah pertanian yang diambil dari 4 sawah yang ada di daerah Jember yaitu di daerah Tawang Mangu dan Parangtritis
2. Sensor yang digunakan pada penelitian ini adalah jenis Elektroda Selektif Ion (ESI) Co-C yang pembuatannya berdasarkan optimasi oleh Ni'mah (2019)
3. Ekstraktan yang digunakan pada penelitian ini yaitu larutan Kelowna

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tanah Pertanian dan Kandungan Unsur Hara

Tanah merupakan lapisan kerak bumi yang mengalami pelapukan hasil evolusi dengan susunan unik dan teratur dengan kandungan bahan-bahan organik dan anorganik yang biasa disebut dengan mineral. Bahan anorganik pada tanah salah satunya yaitu unsur hara yang dapat mendukung proses pertumbuhan bahan-bahan organik (jasad hidup) (Rafi'i, 1982). Unsur hara dapat mempengaruhi pertumbuhan tanaman melalui bentuk ketersediaannya, konsentrasi serta kesetimbangannya dengan unsur hara lain sehingga pengendaliannya dapat disesuaikan dengan kebutuhan tanaman dan juga dapat menjaga kualitas tanah serta lingkungan (Winarso, 2005).

Tanah pertanian merupakan tanah yang digunakan untuk menanam padi sawah bergiliran dengan tanaman palawija, hortikultura dan tanaman semusim lainnya yang berlangsung terus menerus sepanjang tahun (Hardjowigeno dan Rayes, 2005). Produktivitas lahan sawah merupakan sektor di Indonesia untuk mendukung ketahanan pangan. Rendahnya produktivitas lahan sawah dapat disebabkan karena pengolahan hara yang tidak berimbang, sehingga mengakibatkan penurunan hasil padi mencapai 40%. Pengolahan tanaman yang tidak baik juga dapat mengakibatkan penurunan hasil padi hingga 60% dari potensi aslinya (Dobermann dan Fairhurst, 2000). Hal tersebut dapat dibuktikan dengan meningkatnya kebutuhan beras di Indonesia setiap tahunnya sebesar 2,23%, namun tidak diimbangi dengan produksi padi yang cukup (Arafah, 2003). Kebutuhan beras di Indonesia setiap tahunnya mencapai 32 juta ton, sedangkan produksi nasional tiap tahunnya hanya memproduksi sekitar 31,5 juta ton (Darma, 2007).

Pemberian pupuk merupakan salah satu upaya yang dilakukan oleh petani untuk meningkatkan produktivitas lahan sawah masih bersifat sangat umum karena terbatasnya data sumber daya alam yaitu mengenai status kesuburan tanah. Menurut Partohardjono (1999), pemberian pupuk yang tepat dan seimbang khususnya pada tanaman padi akan menurunkan biaya pemupukan, tanaman yang

lebih sehat, dan takaran pupuk yang lebih rendah. Oleh karena itu, perlu dilakukan pemberian pupuk yang tepat sasaran dengan dosis yang sesuai kebutuhan agar padi yang dihasilkan optimal (tanpa kelebihan/kekurangan hara). Rekomendasi pemupukan yang ada saat ini masih bersifat umum, sehingga pemupukan belum berimbang dan rasional. Dosis anjuran pemupukan untuk tanaman padi secara umum yaitu 250 kg Urea /ha, 100 kg SP-36 /ha, dan 100 kg KCl /ha (Deptan, 2007).

Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian (2007), mengusulkan rekomendasi pemupukan N, P, dan K pada padi sawah yang lokasinya spesifik agar pemupukan dapat efisien dan produksi optimal. Acuan pemupukan N, P, dan K menurut Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian (2007) dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Acuan penetapan rekomendasi pupuk N, P, dan K pada lahan sawah spesifik lokasi (per kecamatan) Provinsi Jawa Timur
(Sumber : Peraturan Menteri Pertanian nomor 40/Permentan/ot.140/04/2007 tanggal 11 April 2007)

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. Sumpalsari	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. Jelbuk	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.									
	Sumberjambe	300	75	50	280	75	0	275	25	30
	9. Ledokombo	300	75	50	280	75	0	275	25	30
	10. Kalisat	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	

Pemupukan harus diberikan secara berimbang yaitu antara urea, SP-36/TSP dan Kcl dan tergantung pada keadaan tanah spesifik di setiap daerah. Pupuk yang diberikan merupakan tambahan bagi unsur hara yang sudah ada dalam tanah, sehingga jumlah nitrogen, fosfor dan kalium yang tersedia bagi tanaman berada dalam perbandingan yang tepat (Permentan, 2007).

Klasifikasi unsur hara berdasarkan ketergantinya oleh unsur lain dibagi menjadi dua, yaitu unsur hara esensial dan unsur hara non esensial. Unsur hara esensial merupakan unsur-unsur yang keberadaannya tidak dapat digantikan oleh unsur lain yang sangat mempengaruhi pertumbuhan dan kualitas tanaman. Unsur hara non esensial merupakan unsur-unsur yang memiliki peranan kecil terhadap pertumbuhan tanaman, sehingga keberadaannya dapat digantikan oleh unsur lain (Foth, 1998).

Unsur hara esensial berdasarkan jumlahnya yang dibutuhkan tanaman, dapat dibagi menjadi dua yaitu unsur hara makro esensial dan unsur hara mikro esensial. Unsur hara makro esensial merupakan unsur hara yang dibutuhkan tanaman dalam jumlah besar biasanya lebih dari 500 ppm, sedangkan unsur hara mikro esensial merupakan unsur hara yang dibutuhkan tanaman dalam jumlah yang lebih kecil biasanya kurang dari 500 ppm (Hanafiah, 2012). Unsur-unsur yang merupakan unsur hara makro esensial yaitu belerang (S), fosfor (P), kalsium (Ca), nitrogen (N), magnesium (Mg), dan kalium (K), sedangkan unsur-unsur yang merupakan unsur hara mikro yaitu klorin (Cl), seng (Zn), mangan (Mn), boron (B), kobalt (Co), tembaga (Cu), besi (Fe) (Foth, 1998). Unsur hara makro yang terkandung dalam tanah pertanian dibutuhkan tanaman dalam jumlah yang cukup banyak. Contohnya yaitu pada tanaman padi, untuk setiap 5 ton ha⁻¹ tanaman padi membutuhkan kandungan nitrogen berkisar antara 75-120 kg ha⁻¹, fosfor berkisar antara 20-25 kg ha⁻¹, dan kalium berkisar antara 23-257 kg ha⁻¹ (Husnain dan Ibrahim, 2010).

Fosfor (P) merupakan salah satu unsur hara makro esensial yang dibutuhkan tanaman dalam jumlah besar. Unsur fosfor di alam yang berikatan dengan oksigen disebut dengan senyawa fosfat. Penyerapan fosfor oleh tanaman biasanya dalam bentuk ion fosfat anorganik terutama H₂PO₄⁻ dan HPO₄²⁻. Kadar fosfor yang

diserap oleh tanah sawah berkisar antara 10-15%. Ketersediaan fosfor dalam tanah umumnya sangat rendah yang disebabkan karena pada tanah asam suatu fosfat terikat menjadi $AlPO_4$ dan pada tanah basa terikat menjadi $Ca_3(PO_4)_2$ (Elfiati, 2005). Pengelolaan fosfor yang keberadaannya dalam tanah berbentuk fosfat (PO_4) adalah salah satu faktor penting untuk meningkatkan produksi pertanian (Oxtoby *et al.*, 2003).

Ketersediaan fosfat dalam tanah khususnya pertanian jumlahnya terbatas dan tidak menentu sehingga kebutuhan tanaman akan unsur hara tersebut tidak tercukupi. Tanaman memerlukan fosfat dalam proses pertumbuhannya, sehingga rendahnya ketersediaan fosfat di tanah dapat menyebabkan tidak berlangsungnya proses metabolisme dengan baik dalam sel tanaman dan terhambatnya pertumbuhan tanaman tersebut (Winarso, 2005). Selama ini pemberian pupuk fosfat tidak efisien, karena ketidaktahuan petani bahwa pemberian pupuk yang dilakukan setiap musim tanam akan menghasilkan residu pada penanaman berikutnya (Anwar dan Susilawati, 2009). Residu yang dihasilkan merupakan akibat dari pembentukan P yang terikat dengan unsur lain yaitu Al, Fe, dan Ca di dalam tanah (Adiningsih, 2004). Upaya yang dapat dilakukan untuk meminimalisir terjadinya hal tersebut yaitu dengan mengukur kadar fosfat dalam tanah sehingga penambahan dalam bentuk pupuk dapat dilakukan secara tepat dan tidak berlebihan agar kebutuhan unsur hara fosfat tanaman tercukupi.

2.2 Metode Analisis Tanah

2.2.1 Sampling dan Ekstraksi

Suatu kegiatan pengelolaan tanah yang berfungsi untuk menunjukkan status hara di dalam tanah dan berfungsi sebagai dasar untuk memonitor sistem produksi serta mengukur kecenderungan atau perubahan dari program pemupukan merupakan pengertian dari uji tanah (Winarso, 2005).

a. Pengambilan Sampel Tanah

Pengambilan sampel tanah akan menentukan hasil analisis yang dapat dilakukan dengan cara mengambil sampel tanah pada 2 titik yang dari 3 lokasi pengambilan sampel berbeda. Sampel tanah yang digunakan diambil pada

kedalaman sekitar 15-20 cm dari permukaan. Sampel yang diambil dari sejumlah titik tersebut kemudian dicampur dan dimasukkan ke dalam wadah plastik serta diberi label (Gough, 1996). Informasi seperti petunjuk dari tempat mana tanah itu diambil dan topografi (letak dan ketinggian tempat) juga perlu dicantumkan (Sutedjo, 1992).

b. Ekstraksi

Ekstraksi merupakan suatu proses pemisahan substansi atau zat dari campurannya dengan menggunakan pelarut yang sesuai (Yazid, 2005). Analit dapat tersedia dalam satu fase (padat atau cair) dan sebagai bagian dari preparasi sampel, maka perlu dipisahkan dari matriks sampel dan diubah menjadi fase lain yaitu dengan melakukan suatu ekstraksi (Kenkell, 2003).

Ekstraksi dapat dikelompokkan menjadi 2 berdasarkan bentuk campuran yang diekstraksi yaitu:

1. Ekstraksi Cair-cair

Zat yang diekstraksi terdapat di dalam campuran yang berbentuk cair. Ekstraksi ini dikenal dengan istilah ekstraksi pelarut. Ekstraksi ini banyak dilakukan untuk memisahkan zat seperti iod atau logam-logam tertentu dalam larutan air (Yazid, 2005).

2. Ekstraksi padat-cair

Zat yang diekstraksi terdapat dalam campuran yang berbentuk padat. Ekstraksi ini banyak dilakukan dalam usaha mengisolasi zat berkhasiat dalam bahan alam (Yazid, 2005). Analit diekstrak dari sampel padat oleh cairan dan terlarut dalam larutan tersebut, sementara komponen sampel yang lain tidak terlarut dan tersisa dalam fase awal (Kenkell, 2003).

c. Ekstraktan

Ekstraktan merupakan larutan kimia yang ditambahkan ke dalam sampel tanah untuk melarutkan, mendesorpsi atau menukar sebagian dari jumlah total unsur hara dari sampel tanah (Poon dan Schmidt, 2010). Perbandingan antara

tanah dengan ekstraktan yakni 1:10 dan waktu ekstraksi sebesar 5 menit yang dijadikan acuan untuk semua ekstraktan.

Fosfor dapat diekstrak dari dalam tanah dengan ekstraktan Morgan Wolf yakni (natrium asetat dalam asam setat glasial). Ekstraktan sebanyak 25 mL ini dicampurkan ke dalam 6,5 gram sampel tanah dan dikocok selama 5 menit, Selanjutnya ekstrak disaring. Ekstraktan ini biasanya digunakan untuk pengukuran dengan spektrofotometri UV-Vis (Beck, 2000).

Ekstraktan Kelowna ($0,25 \text{ M CH}_3\text{COOH} + 0,015 \text{ M NH}_4\text{F}$) dapat mengekstraksi fosfat dan juga digunakan untuk pengukuran dengan elektroda kawat kobalt. Pengukuran dilakukan dengan menambahkan larutan ISA (Ion Strength Adjustor) KHP $0,025 \text{ M}$ dengan pH 4 (Kim *et al.*, 2006). Menurut Van Lierop (1988) ekstraktan Kelowna dapat mengekstrak fosfat sebanyak ekstraktan Bray-1 dan lima kali lebih banyak dibandingkan $0,5 \text{ NaHCO}_3$. Selain itu, H_2O dapat digunakan untuk mengekstrak fosfor dalam tanah dan dianalisis dengan metode Murphy Riley dan MS. Perbandingan sampel tanah dan ekstraktan aquademin sebesar 1:10 (Sobeck dan Ebeling, 2007).

2.2.2 Teknik Pengukuran Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan teknik analisis spektroskopi yang menggunakan instrumen spektrofotometer dengan sumber radiasi elektromagnetik ultra violet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) (Mulja dan Suharman, 1995). Eksitasi molekul dapat terjadi karena adanya absorpsi sinar ultraviolet (UV) atau sinar tampak (Vis) dari tingkat energi dasar (*ground state*) ke tingkat energi yang lebih tinggi (eksitasi) oleh suatu molekul. Absorpsi sinar UV dan Vis oleh suatu molekul umumnya menghasilkan eksitasi ikatan elektron (*bonding*) sehingga dapat dikorelasikan antara panjang gelombang absorban maksimum dengan absorban UV dan Vis yang bertujuan untuk menentukan senyawa-senyawa yang mengandung gugus penyerap secara kuantitatif (Maria, 2010).

Pengukuran absorbansi yang dapat diukur pada spektroskopi UV adalah larutan yang tidak berwarna, karena yang diabsorpsi yakni cahaya ultraviolet.

Energi cahaya yang diserap pada spektroskopi UV sebagai contoh yaitu aseton dan asetaldehida akan digunakan untuk transisi elektron. Energi UV dapat menyebabkan transisi elektron σ atau π sehingga memiliki UV memiliki energi cahaya yang lebih besar daripada energi cahaya Vis. Pengukuran absorbansi yang dapat diukur pada spektroskopi Vis adalah larutan yang berwarna, karena yang diabsorpsi yakni cahaya tampak. Hal tersebut yang menyebabkan metode spektroskopi ini dikenal juga dengan metode kolorimetri. Pengukuran larutan yang tidak berwarna dapat dilakukan dengan mereaksikan larutan tersebut dengan suatu pereaksi yang menghasilkan larutan berwarna, sebagai contoh yaitu ion Fe^{3+} dengan CNS^- yang menghasilkan larutan berwarna merah (Maria, 2010).

2.2.3 Teknik Pengukuran Potensiometri

Potensiometri merupakan metode analitik yang digunakan untuk mengukur beda potensial dari suatu analit tanpa adanya aliran arus listrik. Prinsip pengukuran utama dengan metode potensiometri adalah berdasarkan perbedaan potensial yang terjadi antara suatu elektroda pembanding dengan elektroda indikator (Day dan Underwood, 1989). Analisis secara potensiometri bergantung pada hubungan antara nilai potensial dengan konsentrasi suatu analit. Pengukuran arus listrik sebagai fungsi perubahan potensial listrik yang diterapkan pada metode ini adalah sel elektrolisis (Agustiani, 2007). Aktivitas ion-ion dalam larutan dapat ditentukan menggunakan analisis potensiometrik melalui nilai potensial yang ditimbulkan. Nilai potensial yang terukur berbanding lurus dengan nilai logaritma konsentrasi. Hubungan antara nilai potensial dengan konsentrasi suatu analit dapat dijelaskan melalui persamaan Nerst, yaitu :

$$E_{sel} = E^0 - \frac{0,0592}{n} \log[ion]$$

dimana n merupakan jumlah mol elektron yang terlibat (Hendayana *et al*, 1994).

Elektroda merupakan suatu penghantar dalam sel elektrokimia. Terdapat dua jenis elektroda dalam pengukuran potensiometri yakni elektroda indikator dan elektroda pembanding. Elektroda yang nilai potensial selnya sudah diketahui merupakan suatu elektroda pembanding. Jenis elektroda ini sama sekali tidak peka

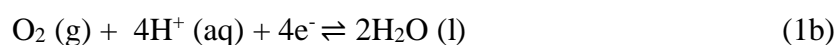
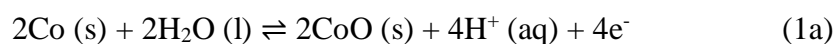
terhadap komposisi larutan yang sedang diukur. Elektroda yang nilai potensial selnya tergantung pada konsentrasi analit merupakan suatu elektroda indikator (Kenkel, 2003). Elektroda indikator dibagi lagi menjadi 2 jenis yaitu elektroda logam dan elektroda membran (Hendayana *et al*, 1994).

Elektroda kobalt termasuk elektroda membran atau dapat dikenal dengan sebutan elektroda selektif ion karena memiliki tingkat selektivitas yang tinggi (Skoog *et al*, 2007). Elektroda selektif ion adalah suatu elektroda indikator dimana nilai potensial membrannya merupakan fungsi konsentrasi dari suatu ion tertentu. Elektroda selektif ion yang baik harus memiliki suatu komposisi bahan-bahan aktif yang dapat berikatan dengan analit pada permukaan membran larutan sampel dengan reaksi yang cepat, reversibel, dan selektif (Buhlmann dkk, 1998). Bagian dalam membran terdapat suatu material yang mengandung bahan yang selektif terhadap ion tertentu sehingga sampel dalam elektroda dapat dipisahkan. Keuntungan yang diperoleh dengan menggunakan elektroda selektif ion diantaranya yaitu mudah dibawa, pengukuran analit dapat dilakukan secara langsung, dan memiliki nilai sensitivitas yang baik hingga range konsentrasi yang besar (Wang, 2001). Elektroda kobalt dapat merespon ion fosfat melalui proses oksidasi kobalt pada permukaan elektroda. Kelebihan dari penggunaan elektroda kobalt diantaranya yaitu murah, mudah digunakan, dan selektif dalam mendeteksi ion fosfat dalam sampel (Meruva dan Meyerhoff, 1996).

Prinsip utama dipilihnya elektroda kobalt sebagai sensor fosfat yaitu terjadinya suatu reaksi oksidasi pada permukaan elektroda kobalt sehingga membentuk lapis tipis $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$ yang dapat menghasilkan beda potensial (Sukatun, 2014). Menurut Meruva dan Meyyerhoff (1996), elektroda kobalt selektif terhadap pengukuran fosfat melalui mekanisme reaksi sebagai berikut:

a. Tahap oksidasi kobalt

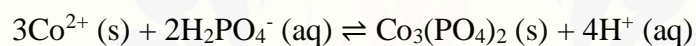
Kobalt dapat membentuk suatu oksida dengan bilangan oksidasi +2 karena teroksidasi dalam air. Mekanisme yang terjadi, yaitu sebagai berikut:



Pada tahap ini terjadinya reaksi oksidasi berjalan dengan lambat sehingga untuk menghasilkan suatu beda potensial yang konstan, diperlukan waktu yang cukup lama saat melakukan perendaman elektroda kobalt dalam air.

b. Tahap pembentukan lapis tipis kobalt fosfat

Pembentukan lapis tipis kobalt fosfat melalui suatu proses yang terjadi pada permukaan elektroda kobalt dapat terbentuk dari kobalt oksida dengan adanya fosfat dalam larutan. Rianasari (2013) mengusulkan mekanisme reaksi yang dapat terjadi, yaitu sebagai berikut:



BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu penelitian akan berlangsung pada bulan Maret 2019 sampai dengan selesai. Tempat penelitian akan dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

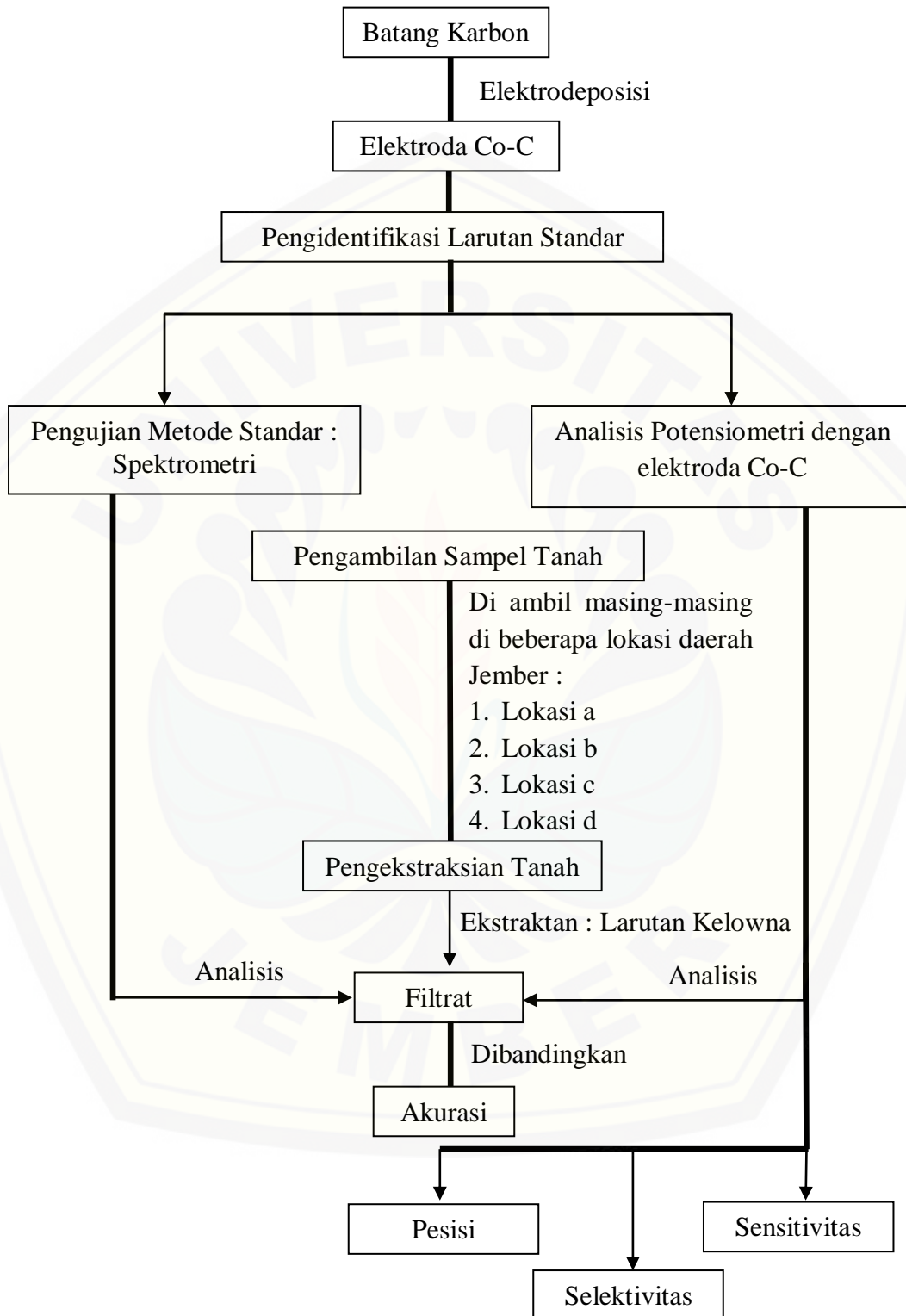
3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya yaitu alat-alat gelas beaker, sekop, plastik, *ball* pipet, batang pengaduk, neraca analitik, elektroda kerja yaitu elektroda kobalt-karbon, elektroda referensi Ag/AgCl, *counter-electrode* SS, botol semprot, neraca analitik, pH meter, tisu, lap, potensiostat, kertas saring, *magnetic stirrer*, anak *stirer*, spektrofotometer Uv-Vis, spatula, kuvet, *ultrasonic cleaning bath*

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya yaitu tanah pertanian, akuades, akuademin, Amonium hidroksida (NH₄OH) 30% (Merck, Mr:35,05 g/mol), Amonium fluorida (NH₄F) (Merck, Mr:37,04 g/mol), Kalium Hidrogen Ptalat (KHP) (Merck, Mr:204,22 g/mol), Natrium dihidrogen fosfat monohidrat (NaH₂PO₄.H₂O) (Merck, Mr:137,99 g/mol), Asam asetat (CH₃COOH) (Merck, Mr:60,05 g/mol), Amonium molibdat ((NH₄)₆Mo₇O₂₄.4H₂O) (Merck, Mr:1235,86 g/mol), Antimoni kalium tartat (K(SbO)C₄H₄O₆.H₂O) (Merck, Mr:333,93 g/mol), Asam sulfat (H₂SO₄) (Merck, Mr:98,08 g/mol), Asam askorbat (C₆H₈O₆) (Merck, Mr:176,13 g/mol), Natrium nitrat (NaNO₃) (Merck, Mr:84,99 g/mol), Kalium klorida (KCl) (Merck, Mr:74,55 g/mol), Natrium klorida (NaCl) (Merck, Mr:58,44 g/mol), Amonium klorida (NH₄Cl) (Merck, Mr:53,49 g/mol)

3.3 Rancangan Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan Elektroda Kobalt-Karbon

a. Pembuatan Elektroda Kobalt-Karbon

Pembuatan elektroda kobalt-karbon mengacu pada prosedur penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Ni'mah (2019) untuk elektrodposisi dengan larutan elektrolit $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Pembuatan elektroda Co-C dilakukan yaitu dengan cara mengambil batang karbon baterai bekas ukuran AA 1,5 V, kemudian dicuci batang karbon tersebut sampai bersih. Permukaan batang karbon dilapisi dengan epoksi resin yang dicetak menggunakan sedotan minuman plastik dengan diameter $\pm 0,9$ cm, kemudian dikeringkan pada suhu kamar. Batang karbon bagian bawahnya diampelas menggunakan alumina $0,5 \mu\text{m}$. Elektroda tersebut kemudian dibilas dengan akuades, selanjutnya dimasukkan ke dalam *ultrasonic cleaning bath* selama 8 menit dan dikeringkan pada suhu ruang.

3.4.2 Pengambilan Sampel

Tanah pertanian yang merupakan sampel pada penelitian kali ini akan dianalisis dan diambil terlebih dahulu dari 4 daerah sawah disekitar Jln. Danau Toba Kota Jember. Sampel tanah yang akan dianalisis diambil sebanyak 1 titik dan dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan pada masing-masing daerah. Tanah dapat diambil menggunakan sekop pada kedalaman 10-20 cm, kemudian dimasukkan ke dalam wadah plastik dan diberi nomor atau label (Gough, 1996). Sampel yang telah siap di ekstraksi terlebih dahulu sebelum diuji dengan elektroda kobalt-karbon maupun dengan metode standar.

3.4.3 Pembuatan Larutan Elektrolit dan Larutan Standar

a. Pembuatan Larutan Elektrolit

Pembuatan larutan elektrolit dapat dilakukan yaitu dengan cara mencampurkan $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,01 M sebanyak 50 mL dengan NH_4Cl 1 M sebanyak 10 mL, kemudian ditambahkan NH_4OH 0,02 M secara perlahan untuk mengatur pH larutan menjadi 6 (Soto, *et al.*, 1996). Larutan $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,01 M dapat dibuat dengan menimbang padatan $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,12 gram dan

dilarutkan dengan akuademin, kemudian diencerkan sampai tanda batas pada labu ukur 50 mL. Larutan NH_4Cl 1 M dapat dibuat dengan menimbang padatan NH_4Cl sebanyak 0,54 gram dan dilarutkan dengan akuademin, kemudian diencerkan sampai tanda batas dalam labu ukur 10 mL.

b. Pembuatan Larutan Asam Asetat Glasial 5 M

Pembuatan larutan asam asetat glasial dilakukan dengan cara mengisi labu ukur 100 mL dengan akuademin setengah bagian. Selanjutnya larutan asam asetat glasial 100% dipipet sebanyak 28,6 mL. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

c. Pembuatan Larutan NH_4F 0,3 M

Pembuatan larutan NH_4F 0,3 M dilakukan dengan cara menimbang 1,11 gram padatan NH_4F dan dilarutkan dalam 20 mL akuademin. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

d. Pembuatan Larutan Kelowna

Pembuatan larutan Kelowna dilakukan dengan cara memipet 50 mL asam asetat glasial 5 M dan 50 mL NH_4F 0,3 M. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambah akuademin hingga tanda batas (Carter, 1993).

e. Pembuatan Larutan NH_4OH 0,02 M

Pembuatan larutan NH_4OH ini dilakukan dengan cara mengisi labu ukur 50 mL dengan akuades secukupnya. Selanjutnya ditambahkan larutan NH_4OH 30% sebanyak 0,13 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas

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

Pembuatan larutan ISA dilakukan dengan menimbang 0,051 gram KHP dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dengan penambahan akuades hingga tanda batas. Kemudian diatur pH-nya menjadi 4 dengan 0,02 M NH_4OH .

g. Pembuatan larutan Induk Fosfat 1000 ppm

Pembuatan larutan induk kobalt dilakukan dengan menimbang 1,61 gram $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan dilarutkan dalam 20 mL akuades. Larutan yang terbentuk dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dengan penambahan akuades hingga tanda batas.

h. Pembuatan Larutan Standar Fosfat

Pembuatan larutan standar fosfat konsentrasi 500; 100; 10; dan 1 ppm dilakukan dengan cara memipet 50; 10; 1; dan 0,1 mL larutan induk fosfat 1000 ppm, kemudian masing-masing konsentrasi diencerkan ke dalam labu ukur 100 mL menggunakan akuades.

i. 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 ($\text{K}_2\text{Sb}_2\text{O}_7$). Asam sulfat pekat ditambahkan secara perlahan sebanyak 14 mL. Larutan diencerkan dengan akuades hingga 100 mL. Larutan ini sebaiknya disimpan ditempat yang sejuk.

j. Pembuatan Pereaksi Pewarna Fosfat

Pembuatan Pereaksi Pewarna Fosfat ini dilakukan dengan cara melarutkan 0,53 gram asam askorbat ke dalam 50 mL pereaksi pekat fosfat. Selanjutnya ditambahkan 12,5 mL asam sulfat 2 M. Larutan tersebut diencerkan dengan 500 mL akuades. Larutan ini sebaiknya dibuat setiap hari.

k. Pembuatan Larutan Standar Nitrat 10 ppm

Pembuatan larutan standar nitrat 10 ppm dengan cara menimbang padatan NaNO_3 sebanyak 0,00137 gram diencerkan dengan 10 mL akuades. Larutan yang terbentuk dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dengan ditambah akuades hingga tanda batas.

l. Pembuatan Larutan Klorida 10 ppm

Pembuatan larutan standar klorida 10 ppm dengan cara menimbang padatan NaCl sebanyak 0,00165 gram diencerkan dengan 10 mL akuades. Larutan yang terbentuk dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dengan ditambah akuades hingga tanda batas.

m. Pembuatan Larutan Kalium 10 ppm

Pembuatan larutan standar kalsium 10 ppm dengan cara menimbang padatan CaCO_3 sebanyak 0,00191 gram diencerkan dengan 10 mL akuades. Larutan yang

terbentuk dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dengan ditambah akuades hingga tanda batas.

n. Pembuatan Larutan Amonium 10 ppm

Pembuatan larutan standar magnesium 10 ppm dengan cara menimbang padatan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,003 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

Analisa deteksi fosfat menggunakan potensiometri dilakukan dengan cara mengambil 10 mL larutan standar fosfat konsentrasi 500; 100; 10; dan 1 ppm. Larutan dimasukkan ke dalam gelas piala dan ditambahkan larutan ISA KHP 0.2 mL pH 4 pada masing-masing konsentrasi (Chen, *et al.*, 1998). Analisa deteksi fosfat dilakukan dengan memasukkan elektroda kobalt-karbon dan elektroda Ag/AgCl ke dalam larutan, sebelumnya larutan dihomogenkan dengan *magnetic stirrer*. Hasil pengukuran berupa beda potensial yang terbaca pada multimeter. Analisa pada masing-masing konsentrasi dilakukan pengulangan 3 kali. Pengolahan data untuk mendapatkan kurva kalibrasi dilakukan dengan mengplotkan sumbu x sebagai log konsentrasi dan sumbu y sebagai beda potensial. Data kurva kalibrasi yang dihasilkan, selanjutnya akan diolah untuk menentukan karakteristik potensiometri, yaitu:

a. Sensitivitas

Nilai sensitivitas dari suatu metode atau alat merupakan ukuran kemampuan metode atau alat dalam mendeteksi perbedaan konsentrasi analit yang kecil. Perubahan konsentrasi analit yang kecil dapat memberikan respon yang berarti jika nilai sensitivitas yang diperoleh besar. Sensitivitas suatu metode atau alat dapat ditentukan dengan melihat nilai slope atau kemiringan persamaan linier kurva kalibrasi (Skoog, 2007).

b. Selektivitas

Selektivitas adalah kemampuan suatu sensor sejauh mana dapat menyeleksi zat yang ingin dideteksinya. Sifat tersebut sangat penting mengingat zat yang

dideteksi suatu sensor tentunya akan mudah bercampur dengan zat lain yang ada disekitarnya (Mardliyyah, 2016). Zat lain yang terdapat dalam sampel tanah pertanian yaitu NO_3^- , NH_4^+ , K^+ dan Cl^- yang disebut dengan ion pengganggu, sehingga perlu dilakukan uji selektivitas terhadap ion pengganggu tersebut agar dapat diketahui selektivitas sensor. Selektivitas dapat ditentukan dengan menghitung nilai koefisien selektivitas (K_{ij}^{Pot}) sebagai berikut:

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

Keterangan:

K_{ij}^{Pot} = Koefisien Selektivitas

x = Aktivitas (konsentrasi) ion utama

konsentrasi = Aktivitas (konsentrasi) ion pengganggu

(Suyanta, 2004)

c. Presisi

Presisi atau keseksamaan merupakan tingkat seberapa jauh pengulangan pengukuran yang dilakukan dalam kondisi tidak berubah, namun hasil yang diperoleh sama. Presisi dapat ditentukan dengan melakukan pengulangan terhadap sampel sebanyak tiga kali, kemudian dihitung nilai Standar Deviasi (SD) dan nilai Koefisien variasi (Kv). Berikut rumus SD dan Kv:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad \text{dan} \quad Kv = \left[\frac{SD}{\bar{x}} \right] \times 100\%$$

Keterangan:

SD = Standar Deviasi

Kv = Koevisien Variasi

x_i = Data ke-i

\bar{x} = Data rata-rata atau mean

n = jumlah atau banyaknya data

(Faridah, dkk., 2008)

3.4.5 Pengukuran Konsentrasi Fosfat Menggunakan Metode Spektrometri

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 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm dipipet sebanyak 2 mL. Setiap larutan standar ditambah dengan reagen pewarna fosfat (ammonium molibdat, asam sulfat, asam askorbat) 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.

3.4.6 Analisis Fosfat pada Sampel Tanah Pertanian

a. Pengukuran Konsentrasi Fosfat dengan Metode Potensiometri

Masing-masing sampel tanah ditimbang sebanyak 10,00 gram, dimasukkan ke dalam botol, dan ditambahkan dengan 100 mL ekstrak kelowna. Campuran dihomogenkan dengan *magnetic stirrer* selama 10 menit. Ekstrak disaring dengan kertas saring. Ekstrak yang diperoleh diukur pH-nya dengan pHmeter. Filtrat diambil sebanyak 10 mL, dimasukkan dalam gelas piala 100 mL dan ditambahkan larutan ISA 0,025 M KHP pH 4 sebanyak 0,2 mL. Elektroda Co-C dan referensi dicelupkan ke dalam gelas piala hingga diperoleh beda potensial yang stabil. Beda potensial dicatat. Prosedur ini dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan. Perolehan nilai beda potensial di substitusikan ke dalam persamaan linier larutan standar fosfat sehingga konsentrasi fosfat dapat dihitung.

b. Pengukuran Konsentrasi Fosfat dengan Metode Spektrometri

10 gram sampel tanah ditambah dengan 100 mL ekstrak kelowna. Campuran dihomogenkan dengan *magnetic stirrer* selama 10 menit. 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.

c. Akurasi

Akurasi atau kecermatan merupakan tingkat kedekatan hasil yang diperoleh dari analisis pengukuran terhadap nilai yang sebenarnya (Faridah, dkk., 2008). Akurasi dapat ditentukan dengan melakukan analisa sampel untuk mengetahui kadarnya yang diperoleh pada metode potensiometri dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya atau pada metode spektrometri, kemudian dikalikan dengan 100%. Berikut rumus akurasi:

$$\text{Akurasi} = \frac{\text{kadar sampel hasil analisis}}{\text{kadar sampel sebenarnya}} \times 100 \%$$

d. Pembuatan grafik

Pembuatan grafik dapat dilakukan dengan memplot nilai konsentrasi sampel metode potensiometri pada sumbu x dan nilai konsentrasi sampel metode spektrometri pada sumbu y.

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan dari penelitian ini yaitu:

1. Kinerja elektroda Co-C secara potensiometri dalam mengukur fosfat pada larutan standar fosfat dapat diketahui melalui nilai sensitivitas yang diperoleh sebesar 28,01 mV/dekade menunjukkan bahwa elektroda dalam mengukur fosfat dapat dikatakan kurang baik. Nilai selektivitas yang diperoleh menunjukkan $K_{ij}^{Pot} < 1$, dapat diartikan bahwa pengaruh interferensi ion asing yaitu NO_3^- , NH_4^+ , K^+ dan Cl^- tidak mempengaruhi pengukuran ion utama. Perolehan nilai presisi diketahui dengan menghitung nilai K_v dan dikatakan baik karena pada konsentrasi 0,01; 0,1; 1; 10 dan 100 ppm < 5%.
2. Analisis sampel dapat diketahui dengan menghitung nilai konsentrasi fosfat pada metode potensiometri dan spektrometri sehingga akan diperoleh nilai akurasi dan korelasi antara kedua metode. Pada daerah T1, T3 dan T4 diperoleh nilai akurasi yang baik, sedangkan pada daerah T2 kurang baik, dan diperoleh korelasi yang linier dengan nilai *slope* sebesar 0,998 yang nilainya mendekati 1, sehingga nilai konsentrasi fosfat dalam sampel dapat dikatakan sebanding antara metode potensiometri dengan spektrometri.

5.2 Saran

1. Sampel yang akan di analisis sebaiknya di lakukan preparasi dengan cara disimpan di tempat yang memiliki suhu rendah untuk mencegah berkembangnya mikroorganisme yang dapat mengganggu hasil pengukuran
2. Perlu dilakukan pengukuran sisa kobalt dari proses elektrodposisi menggunakan Spektrometer Visibel untuk mengetahui massa kobalt yang terdeposisi pada batang karbon.

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.
- Agustiani, W. 2007. Modifikasi Membran Elektrode Selektif Ion Nitrat Tipe Kawat Platina Terlapis dengan Polietilena Glikol sebagai Porogen. *Skripsi tidak diterbitkan*. Bogor: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas IPB.
- Anwar, K., dan Susilawati, A. 2009. Penggunaan Fosfat Alam sebagai Pupuk Alternatif untuk Meningkatkan Produksi Padi pada Tanah Masam di Kalimantan Selatan. *Seminar Nasional Padi 1*: 917-928.
- Arafah dan Sirappa, M. P. 2003. Kajian Penggunaan Jerami dan Pupuk N, P, dan K pada Lahan Sawah Irigasi BPTP Sulawaesi Selatan. *Jurnal Ilmu Tanah dan Lingkungan*. 4(1): 15-24.
- Beck, R. 2000. *Soil Analysis Handbook of Reference Methods*. USA: CRC Press.
- Bintang, Maria. 2010. *Biokimia Teknik Penelitian*. Jakarta : Erlangga.
- Buhlmann, P., Umezawa, Y., Rondini, S., Vertova, A., Pigliucci, A., dan Bertesago, L. 2000. Lifetime of Ion-Selective Electrodes based on Charged Ionophores. *Anal Chem* 72: 1843-1852.
- Carter, M. R. & Gregorich, E. G. 1993. *Soil Sampling and Methods of Analysis*. Second Edition. USA: Taylor & Francis Group, L.I.C.
- Caulcut, R. & Boddy, R. 1995. *Statistics for Analytical Chemists*. London: Chapman & Hall.
- Darma, M. D. L. 2007. Swasembada Beras, Sebuah Impian?. <http://www.balipost.co.id/balipostcetaK/2007//17/o2.htm>. [Diakses pada 22 Februari 2019].
- Day, R. A. dan Underwood, A. L. 2001. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Edisi Keenam. Terjemahan oleh Iis Sopyan. Jakarta: Erlangga.
- Deptan. 2007. *Acuhan Penetapan Rekomendasi N, P, dan K*. Sumatera Utara: Departemen Pertanian.
- Elfiati, D. 2005. *Peranan Mikroba Pelarut Fosfat Terhadap Pertumbuhan Tanaman*. Medan: USU e-Repository.

- Enemchukwu, E. M. 2012. Fabrication and Use of New Solid State Phosphate Ion Selective Electrodes for Monitoring Phosphorylation and Dephosphorylation Reaction. *Thesis*. Africa: University of South Africa.
- Faridah, D. N., dkk. 2008. *Penuntun Praktikum Analisis Pangan*. Bogor: Departemen Ilmu dan Teknologi Pangan.
- Foth, H. D. 1998. *Dasar-dasar Ilmu Tanah*. Terjemahan oleh Endang Dwi Purbayanti *et al.* 1998. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Gonzales, A. G. dan Herrador, M. A. 2007. A Practical Guide to Analytical Method Validation, Including Measurement Uncertainty and Accuracy Profiles. *Trends in Analytical Chemistry*. 26: 227-238.
- Gough, N. 1996. *Soil and Plant Tissue Testing Methods and Interpretations of their Results for British Columbia Agricultural Soils*. Inggris: BCMAF.
- Gruijicic, D., dan Batric, P. 2004. Elektrochemical and AFM Study of Cobalt Nucleation Mechanisms on Glassy from Ammonium Sulfate Solutions. *J. Elektrochem. Acta*. 49: 4719-4732.
- Hanafiah, K. A. 2012. *Dasar-dasar Ilmu Tanah*. Edisi Kelima. Jakarta: Rajawali Pers.
- Hardjowigeno, S. 1989. *Ilmu Tanah. Edisi Revisi*. Jakarta : Mediatama Sarana Perkasa.
- Hardjowigeno, S., dan L. Rayes. 2005. *Tanah Sawah*. Malang : Bayumedia.
- 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.
- Kenkell, J. 2003. *Analytical Chemistry for Technicians*. Third Edition. USA: Lewis Publishers.
- Luthfiana. 2016. Optimasi Komposisi Membran dan Karakteristik Elektroda Selektif Ion Cu(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis D₂EHPA untuk Analisis Logam Cu(II). *Skripsi Kimia*. Makassar: Universitas Hasanuddin.
- Mardiyah, D. 2016. Sensor Kimia Bentuk Stik menggunakan Reagen 1-(2-pyridylazo)2-naphthol untuk Mendeteksi Kadar Pb²⁺ dalam Sampel Limbah Industri Kertas Proses Deinking. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim.

- Mawaddah, I. 2019. Komparasi Cyclic dan Linier Sweep Voltammetry pada Elektrodeposisi $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dalam Karbon sebagai Sensor Potensiometri Fosfat. *Skripsi*. Jember: Universitas Jember.
- Meruva, K. R. & Meyerhoff, M. E. 1996. Mixed Potential Response Mechanisme of Cobalt Electrodes Toward Inorganic Phosphate. *Anal Chem* 68(13): 2022-2026.
- Mulja, M. dan Suharman. 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya: Airlangga University 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: Universitas Jember.
- Oxtoby, D. W., Gillis, H. P., dan Nachtrieb, N. H. 1986. *Prinsip-Prinsip Kimia Modern*. Terjemahan oleh Suminar Setiati Achmadi. 2003. Jakarta: Erlangga.
- Permentan. 2007. Rekomendasi Pemupukan N, P, dan K Pada Padi Sawah Spesifik Lokasi. <http://perundangan.pertanian.go.id/admin/file/Permentan-40-07.pdf>. [Diakses pada 22 Februari 2019].
- Pierzynski, Zhang, Wolf, Kleinmann, Mallarino, dan Sullivan. 2005. Phosphorus Determination in Water and Extracts of Soils and by-products: Inductively-Coupled Plasma Spectrometry Versus Colorimetric Procedures. SERA-17 Policy Workgroup Paper. <http://www.sera17.ext.vt.edu/Documents/PanalysisComparisons.pdf>. [Diakses pada 09 Desember 2018].
- Poon, D. & Schmidt, O. 2010. "Understanding Different Soil Test Methods". *Nutrient Management Factsheet*. No. 3 in series.
- Rafi'i, S. 1982. *Ilmu Tanah*. Bandung : Penerbit Angkasa.
- Rahmi, M. 2017. Optimasi Deposisi Kobalt pada Karbon sebagai Elektroda Selektif Ion Fosfat Menggunakan Larutan Ammonium Sulfat dan Ammonium Klorida. *Skripsi*. Jember: Universitas Jember.
- Simamora, S. 2016. *Meningkatkan Kualitas Kompos*. Jakarta: PT. Argo Media Pustaka.
- Siswoyo., dkk. 2013. Pembuatan Elektroda Selektif Ion Fosfat dari Bahan Komposit Grafit-Epoksi-Kobalt Klorida dan Karakterisasinya dalam Pengukuran Fosfat pada Sampel Tanah Menggunakan Teknik Flow Injection Analysis. *Jurnal Kimia*. Jember: Universitas Jember.

- Skoog, D. A., Holler, F. J., dan Crouch, S. R. 2007. *Principles of Instrumental Analysis*. New York: Sounders College Publishing.
- Sobeck, S. A. & Ebeling, D. D. 2007. Mass Spectrometric Analysis for Phosphate in Soil Extracts; Comparison of Mass Spectrometry, Colorimetry, and Inductively Coupled Plasma. <http://asplib.org/eUGHUploads/49eUGHpublication.pdf>. [Diakses pada 09 Desember 2018].
- Soegandi, T. M. S. 2010. *Rancang Bangun Sensor Ion Fosfat di Dalam Tanah untuk Bidang Pertanian*. Bandung: Pusat Penelitian Elektronika Dan Telekomunikasi (PPET) LIPI.
- Soto, A. B., Arce, E. M., Pardave, M. P., dan Gonzalez, I. 1996. Electrochemical Nucleation of Cobalt onto Glassy Carbon Electrode from Ammonium Chloride Solution. *J. Electrochem. Acta*. 41: 2647-2655.
- Sukatun, A. R. 2014. Evaluasi Kinerja Metode Potensiometri dengan Ekstraktor Portabel untuk Penentuan Fosfat dalam Tanah. *Skripsi*. Jember: Jurusan Kimia-FMIPA Universitas Jember.
- Sutedjo, M. M. 1989. *Analisis Tanah, Air dan Jaringan Tanaman*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Suyanta. 2004. *Penentuan Tetapan Selektivitas Elektroda Selektif Ion Sistem Potensiometri dengan Metode MPM*. Yogyakarta: Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Negeri Yogyakarta.
- Van Lierop, W. 1988. Determination of Available Phosphorus in Acid and Calcareous Soils with the Kelowna Multiple-Element Extractant. Abstract from *Soil Science*.
- Wang, J. 1994. *Analytical Electrochemistry*. USA: Wiley-VCH Inc.
- Wijanarko, A., Atikah, dan Fardiyah, Q. 2013. Pengaruh Ion Asing terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion (ESI) Cd(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis D₂EHPA serta Aplikasinya pada Penentuan Kadar Kadmium dalam Air Sungai. 2(2): 546-552.
- Winarso, S. 2005. *Kesuburan tanah*. Yogyakarta: Gava Media.
- Wroblewski, W. 2005. Ion Selective Electrodes. <http://www.csrg.ch.edu.pl>. (Diakses tanggal 12 November 2019).
- Xiao, D., Hongyan, Y., Jun, L., dan Ruqin, Y. 1995. Surface Modified Cobalt Based Sensor as a Phosphate Sensitive Electrode. *J. Anal. Chem.* 67: 288—291.

Yazid, E. 2005. *Kimia Fisika untuk Paramedis*. Yogyakarta: Andi Offset.

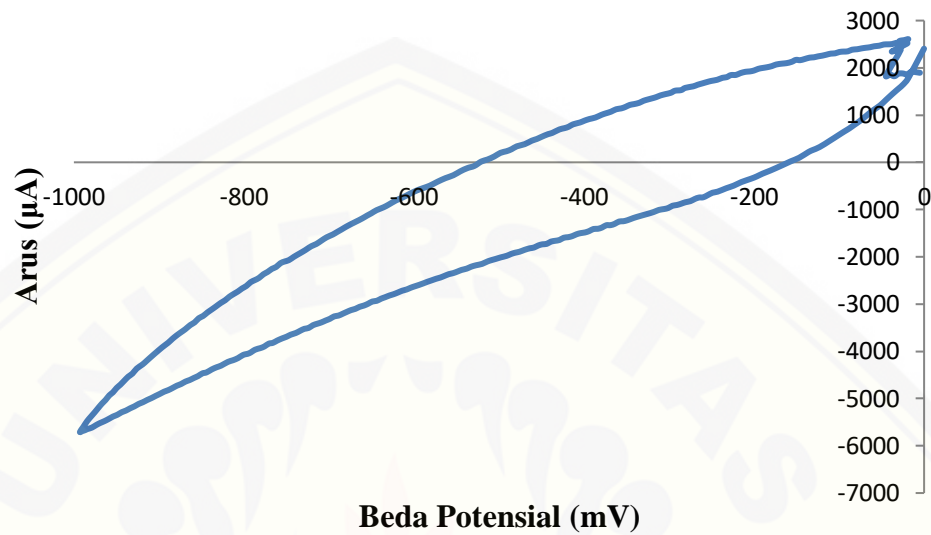
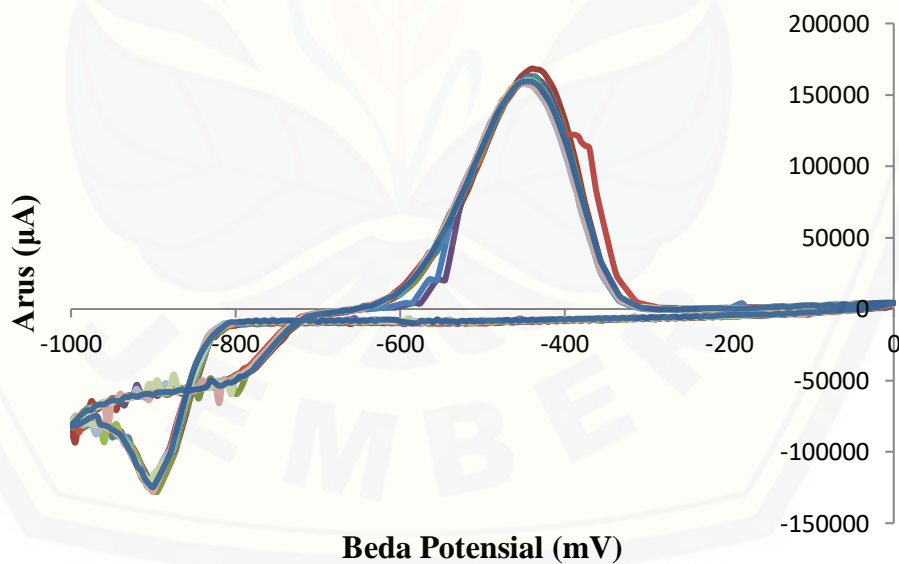
Yuntarso, A., Harsini, M., Herawati, D., dan Ngibad, K. 2018. "Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion Pb^{2+} Jenis Kawat Perak Terlapis dengan Ionofor 1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6." *Jurnal Sain Health*. 2(1).



LAMPIRAN

LAMPIRAN A. HASIL VOLTAMOGRAM ELEKTRODA Co-C

A.1 Kontrol

A.2 Larutan Standart Fosfat $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 

**LAMPIRAN B. DATA HASIL UJI SENSITIVITAS ELEKTRODA Co-C
DENGAN POTENSIOMETRI**

B.1 Analisis Larutan Standar Fosfat Berbagai Konsentrasi

Konsentrasi (ppm)	Log []	Beda Potensial (mV)			Rata-rata (mV)	SD	KV (%)
		I	II	III			
0,01	-2	-304,0	-305,0	-304,0	-304,3	0,579	0,190
0,1	-1	-323,0	-323,0	-323,0	-323,0	0	0
1	0	-353,0	-352,0	-352,0	-352,3	0,579	0,190
10	1	-386,0	-386,0	-385,0	-385,7	0,579	0,190
100	2	-413,0	-413,0	-413,0	-413,0	0	0

Presisi dapat diketahui dengan menghitung beda potensial pada masing-masing konsentrasi larutan standar fosfat melalui rumus SD dan KV. Berikut salah satu contoh perhitungan SD dan KV pada konsentrasi 0,01 ppm :

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

$$SD = \sqrt{\frac{\{(-304,0 + 304,3)^2 + \{-305,0 + 304,3\}^2 + \{-304,0 + 304,3\}^2\}}{3 - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{(0,09 + 0,49 + 0,09)}{2}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,67}{2}}$$

$$SD = \sqrt{0,335}$$

$$SD = 0,579$$

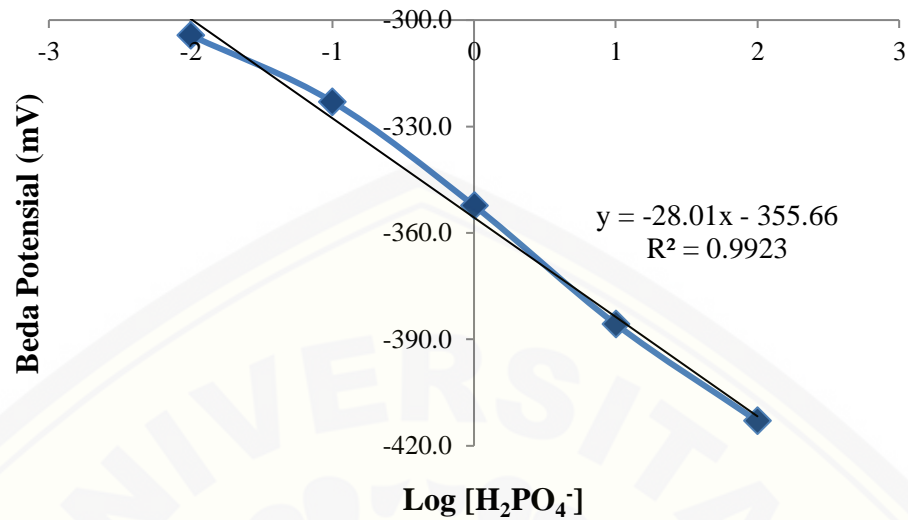
$$Kv = \left[\frac{SD}{\bar{x}} \right] \times 100\%$$

$$Kv = \left[\frac{0,579}{304,3} \right] \times 100\%$$

$$Kv = 0,0019 \times 100\%$$

$$Kv = 0,19\%$$

B.1.1 Kurva Kalibrasi Pengukuran Larutan Standar Fosfat Berbagai Konsentrasi



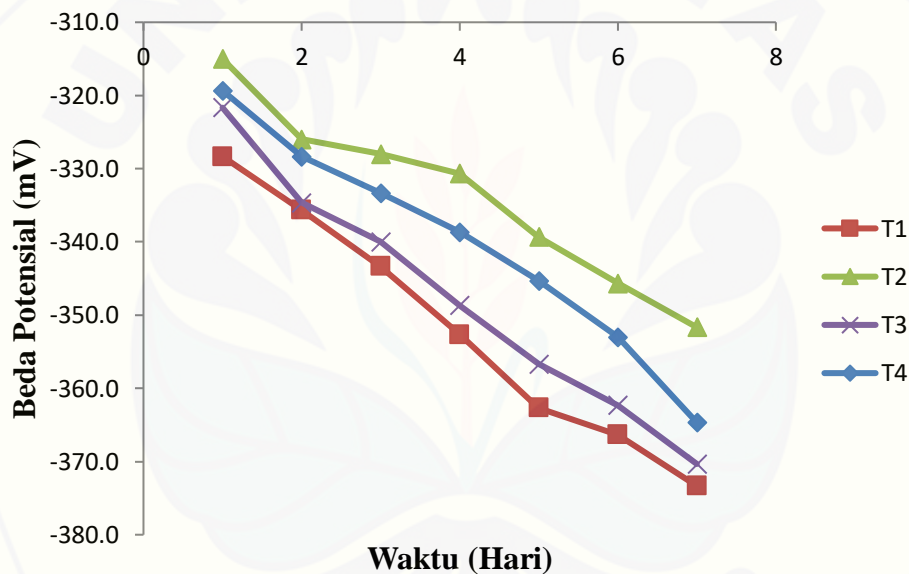
B.2 Analisis Sampel selama 7 Hari

Hari Ke-	Beda Potensial Sampel (mV)			
	T1	T2	T3	T4
1	-328	-315	-322	-319
	-328	-315	-321	-320
	-329	-315	-322	-319
2	-335	-326	-335	-328
	-336	-326	-335	-329
	-336	-326	-334	-328
3	-344	-328	-340	-334
	-343	-327	-340	-333
	-343	-329	-340	-333
4	-353	-330	-349	-338
	-352	-331	-348	-339
	-353	-331	-349	-339
5	-363	-339	-357	-346
	-362	-339	-357	-344
	-363	-340	-356	-346
6	-367	-346	-363	-353
	-366	-346	-362	-353
	-366	-345	-362	-353
7	-373	-352	-369	-365
	-374	-351	-372	-365
	-373	-352	-370	-364

B.3 Rata-rata Beda Potensial Sampel

Hari Ke-	Beda Potensial Sampel (mV)			
	T1	T2	T3	T4
1	-328,3	-315,0	-321,7	-319,3
2	-335,7	-326,0	-334,7	-328,3
3	-343,3	-328,0	-340,0	-333,3
4	-352,7	-330,7	-348,7	-338,7
5	-362,7	-339,3	-356,7	-345,3
6	-366,3	-345,7	-362,3	-353,0
7	-373,3	-351,7	-370,3	-364,7

B.3.1 Grafik Beda Potensial Sampel pada Beberapa Titik



LAMPIRAN C. DATA HASIL UJI SELEKTIFITAS ELEKTRODA Co-C DENGAN TEKNIK POTENSIOMETRI

C.1 Beda Potensial Beberapa Larutan Standar dengan Konsentrasi 10 ppm

Larutan Standar	Beda Potensial (mV)			Rata-rata
	I	II	III	
Fosfat ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	-386	-386	-385	-385,7
Nitrat (NaNO_3)	234	235	234	234,3
Klorida (NaCl)	230	230	229	229,7
Kalium (KCl)	231	232	232	231,7
Amonium (NH_4Cl)	210	210	211	210,3
Blanko (0 ppm)	303	304	303	303,3

Persamaan linier kurva kalibrasi : $y = -28,01x - 355,66$

Larutan Standar	Rata-rata Beda Potensial (mV)	konsentrasi (ppm)	x (ppm)	K_{ij}^{Pot}
Fosfat ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	-385,7	10,00	11,8	1,18
Nitrat (NaNO_3)	234,3	10,00	$8,71 \times 10^{-22}$	$8,71 \times 10^{-22}$
Klorida (NaCl)	229,7	10,00	$1,29 \times 10^{-21}$	$1,29 \times 10^{-22}$
Kalium (KCl)	231,7	10,00	$1,07 \times 10^{-21}$	$1,07 \times 10^{-22}$
Amonium (NH_4Cl)	210,3	10,00	$6,17 \times 10^{-21}$	$6,17 \times 10^{-22}$

Larutan Standar Kalium (KCl)

$$y = 231,7$$

$$y = -28,01x - 355,66$$

$$231,7 = -28,01x - 355,66$$

$$231,7 + 355,66 = -28,01x$$

$$587,36 = -28,01x$$

$$x = -20,97 \text{ ppm}$$

$$[] = 10^x$$

$$[] = 10^{-20,97}$$

$$[] = 1,07 \times 10^{-21} \text{ ppm}$$

$$K_{ij}^{Pot} = \frac{\Delta a_i}{\Delta a_j}$$

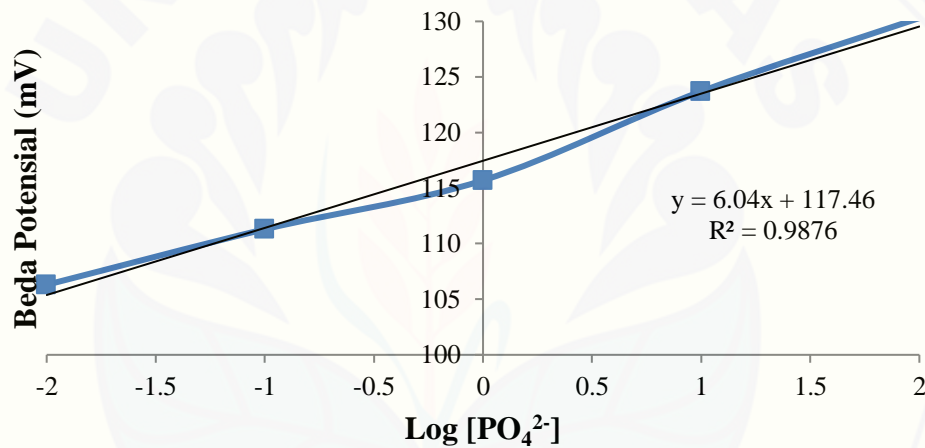
$$K_{ij}^{Pot} = \frac{1,07 \times 10^{-21}}{10}$$

$$K_{ij}^{Pot} = 1,07 \times 10^{-22}$$

C.2 Analisis Larutan Standar Fosfat Berbagai Konsentrasi menggunakan Elektroda Karbon

Konsentrasi (ppm)	Log []	Beda Potensial (mV)			Rata-rata
		I	II	III	
0,01	-2	107	106	106	106,3
0,1	-1	111	112	111	111,3
1	0	116	115	116	115,7
10	1	123	124	124	123,7
100	2	130	131	130	130,3

C.2.1 Grafik Beda Potensial Larutan Standar Fosfat Berbagai Konsentrasi menggunakan Elektroda Karbon



**LAMPIRAN D. DATA SCANNING DAN PENENTUAN PANJANG
GELOMBANG MAKSIMUM MENGGUNAKAN
METODE SPEKTROMETRI**

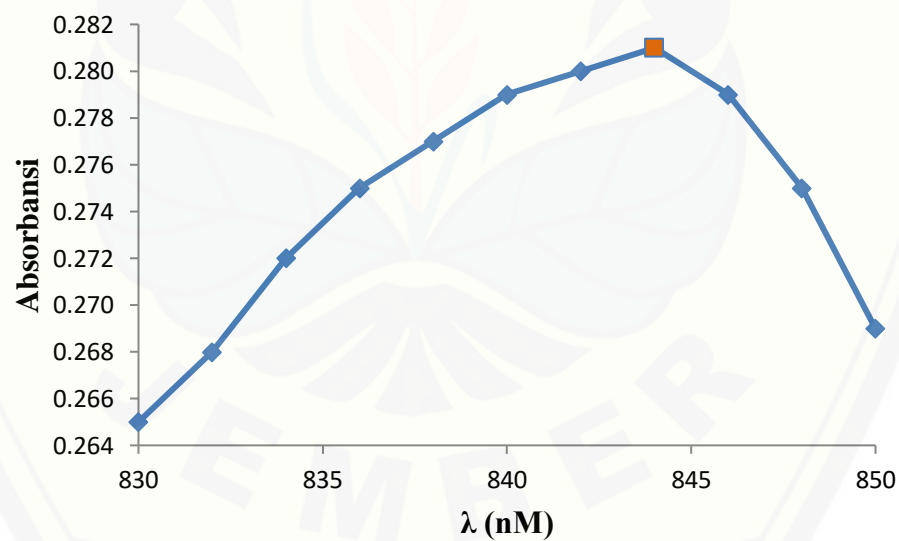
D.1 Data Scanning Panjang Gelombang interval 10 nm

λ (nm)	Absorbansi
700	0,186
710	0,190
720	0,194
730	0,199
740	0,205
750	0,210
760	0,214
770	0,221
780	0,228
790	0,236
800	0,246
810	0,251
820	0,258
830	0,263
840	0,275
850	0,267
860	0,250
870	0,240
880	0,227
890	0,213
900	0,198
910	0,183
920	0,168
930	0,154

D.2 Data Scanning Panjang Gelombang interval 2 nm dan Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

λ (nm)	Absorbansi
830	0,265
832	0,268
834	0,272
836	0,275
838	0,277
840	0,279
842	0,280
844	0,281
846	0,279
848	0,275
850	0,269

D.2.1 Grafik Panjang Gelombang Maksimum Hasil Scanning Panjang Gelombang Interval



LAMPIRAN E. DATA KURVA KALIBRASI METODE SPEKTROMETRI**E.1 Data Absorbansi Larutan Standar Fosfat Berbagai Konsentrasi**

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	Rata-rata (mV)	SD	Kv (%)
5	0,196	0,196	0	0
	0,196			
	0,196			
10	0,275	0,275	0,001	0,360
	0,274			
	0,276			
	0,324			
15	0,325	0,324	0,0007	0,220
	0,324			
	0,394			
	0,395			
20	0,395	0,395	0,0007	0,180
	0,395			
	0,434			
	0,434			
25	0,434	0,434	0,0007	0,160
	0,435			
	0,435			

Presisi dapat diketahui dengan menghitung absorbansi pada masing-masing konsentrasi larutan standar fosfat melalui rumus SD dan Kv. Berikut salah satu contoh perhitungan SD dan Kv pada konsentrasi 5ppm :

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

$$SD = \sqrt{\frac{(\{0,196 - 0,196\}^2 + \{0,196 - 0,196\}^2 + \{0,196 - 0,196\}^2)}{3 - 1}}$$

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

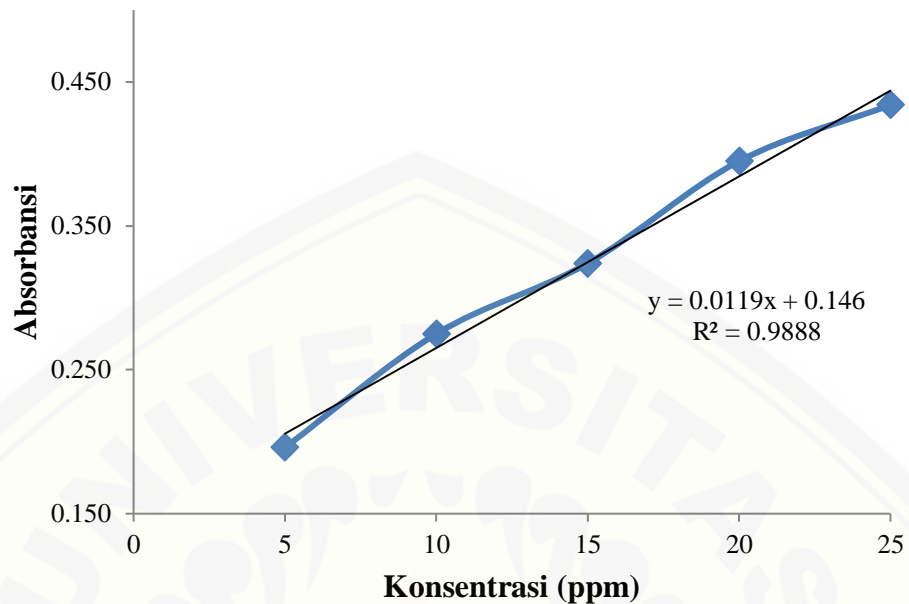
$$SD = 0$$

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

$$Kv = \left[\frac{0}{0,196} \right] \times 100\%$$

$$Kv = 0\%$$

E.1.1 Grafik Absorbansi Larutan Standar Fosfat Berbagai Konsentrasi



E.2 Data Absorbansi pada Sampel

Sampel	Absorbansi			Rata-rata
	I	II	III	
T1	0,208	0,207	0,208	0,208
T2	0,156	0,155	0,155	0,155
T3	0,197	0,197	0,198	0,197
T4	0,184	0,184	0,184	0,184

LAMPIRAN F. PERHITUNGAN KADAR AIR

Sampel	a (g)	b (g)	c (g)	b-c (g)	b-a (g)	KA (%)	FK
T1	32,18	37,18	34,25	2,93	5,00	58,6	2,42
T2	23,65	28,65	25,75	2,90	5,00	58,0	2,38
T3	33,69	38,69	35,53	3,16	5,00	63,2	2,72
T4	28,22	33,22	30,63	2,59	5,00	51,8	2,07

Berikut salah satu perhitungan kadar air sampel:

Penentuan Kadar Air Sampel T1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Air (KA)} &= \frac{b-c}{b-a} \times 100 \% \\ &= \frac{2,93}{5,00} \times 100 \% \\ &= 0,586 \times 100 \% \\ &= 58,6 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Faktor Koreksi (FK)} &= \frac{100}{100-KA} \\ &= \frac{100}{100-58,6} \\ &= \frac{100}{41,4} \\ &= 2,42 \end{aligned}$$

LAMPIRAN G. PERHITUNGAN NILAI KONSENTRASI FOSFAT DALAM SAMPEL TANAH PERTANIAN

G.1 Metode Potensiometri

Persamaan linier kurva kalibrasi : $y = -28,01x - 355,66$

Nilai beda potensial sampel :

Titik Sampel	Beda Potensial Sampel (mV)			Konsentrasi Sampel (ppm)			Rata-rata Konsentrasi Sampel (ppm)
	I	II	III	I	II	III	
T1	-377	-376	-376	5,75	5,37	5,37	5,49
T2	-356	-356	-356	1,03	1,03	1,03	1,03
T3	-373	-374	-374	4,17	4,47	4,47	4,37
T4	-369	-369	-369	3,02	3,02	3,02	3,02

Berikut salah satu contoh perhitungan konsentrasi sampel:

Konsentrasi Sampel pada Titik T1

- Pengulangan I

$$y = -377$$

$$y = -28,01x - 355,66$$

$$-377 = -28,01x - 355,66$$

$$-377 + 355,66 = -28,01x$$

$$-21,34 = -28,01x$$

$$x = 0,76$$

$$[] = 10^x$$

$$[] = 10^{0,76}$$

$$[] = 5,75 \text{ ppm}$$

- Pengulangan II

$$y = -376$$

$$y = -28,01x - 355,66$$

$$-376 = -28,01x - 355,66$$

$$-376 + 355,66 = -28,01x$$

$$-20,34 = -28,01x$$

$$x = 0,73$$

$$[] = 10^x$$

$$[] = 10^{0,73}$$

$$[] = 5,37 \text{ ppm}$$

- Pengulangan III

$$y = -376$$

$$y = -28,01x - 355,66$$

$$-376 = -28,01x - 355,66$$

$$-376 + 355,66 = -28,01x$$

$$-20,34 = -28,01x$$

$$x = 0,73$$

$$[] = 10^x$$

$$[] = 10^{0,73}$$

$$[] = 5,37 \text{ ppm}$$

- Rata-rata Konsentrasi Sampel T1

$$= \frac{\text{Pengulangan I} + \text{Pengulangan II} + \text{Pengulangan III}}{3} = \frac{5,75 + 5,37 + 5,37}{3} = 5,49$$

G.2 Metode Spektrometri

Persamaan linier kurva kalibrasi : $y = 0,0119x + 0,146$

Nilai absorbansi sampel:

Sampel	Absorbansi			Konsentrasi (ppm)			Rata-rata Konsentrasi (ppm)
	I	II	III	I	II	III	
T1	0,208	0,207	0,208	5,21	5,13	5,21	5,20
T2	0,156	0,155	0,155	0,84	0,76	0,76	0,79
T3	0,197	0,197	0,198	4,29	4,29	4,37	4,32
T4	0,184	0,184	0,184	3,19	3,19	3,19	3,19

Berikut salah satu contoh perhitungan konsentrasi sampel:

Konsentrasi Sampel pada Titik T1

- Pengulangan I

$$y = 0,208$$

$$y = 0,0119x + 0,146$$

$$0,208 = 0,0119x + 0,146$$

$$0,208 - 0,146 = 0,0119x$$

$$0,062 = 0,0119x$$

$$x = 5,21 \text{ ppm}$$

- Pengulangan II

$$y = 0,207$$

$$y = 0,0119x + 0,146$$

$$0,207 = 0,0119x + 0,146$$

$$0,207 - 0,146 = 0,0119x$$

$$0,061 = 0,0119x$$

$$x = 5,13 \text{ ppm}$$

- Pengulangan III

$$y = 0,208$$

$$y = 0,0119x + 0,146$$

$$0,208 = 0,0119x + 0,146$$

$$0,208 - 0,146 = 0,0119x$$

$$0,062 = 0,0119x$$

$$x = 5,21 \text{ ppm}$$

- Rata-rata Konsentrasi Sampel T1

$$= \frac{\text{Pengulangan I} + \text{Pengulangan II} + \text{Pengulangan III}}{3} = \frac{5,21 + 5,13 + 5,21}{3} = 5,20$$

LAMPIRAN H. PERHITUNGAN NILAI AKURASI SAMPEL TANAH PERTANIAN

- a.) Sampel pada titik T1

$$\text{Akurasi} = \frac{\text{kadar sampel hasil analisis}}{\text{kadar sampel sebenarnya}} \times 100 \%$$

$$\text{Akurasi} = \frac{5,49 \text{ ppm}}{5,20 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$\text{Akurasi} = 106 \%$$

- b.) Sampel pada titik T2

$$\text{Akurasi} = \frac{\text{kadar sampel hasil analisis}}{\text{kadar sampel sebenarnya}} \times 100 \%$$

$$\text{Akurasi} = \frac{1,03 \text{ ppm}}{0,79 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$\text{Akurasi} = 130 \%$$

- c.) Sampel pada titik T3

$$\text{Akurasi} = \frac{\text{kadar sampel hasil analisis}}{\text{kadar sampel sebenarnya}} \times 100 \%$$

$$\text{Akurasi} = \frac{4,37 \text{ ppm}}{4,32 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$\text{Akurasi} = 101 \%$$

- d.) Sampel pada titik T4

$$\text{Akurasi} = \frac{\text{kadar sampel hasil analisis}}{\text{kadar sampel sebenarnya}} \times 100 \%$$

$$\text{Akurasi} = \frac{3,02 \text{ ppm}}{3,19 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$\text{Akurasi} = 94,6 \%$$

LAMPIRAN I. GRAFIK PERBANDINGAN KONSENTRASI PADA METODE POTENSIOMETRI ELEKTRODA Co-C DENGAN METODE STANDAR SPEKTROMETRI

I.1 Data Konsentrasi Hasil Perhitungan pada Metode Potensiometri Vs Spektrometri

Sampel	Konsentrasi Sampel (ppm)	
	Metode Spektrometri	Metode Potensiometri
T1	5,18	5,49
T2	0,79	1,03
T3	4,32	4,37
T4	3,19	3,02

I.2 Grafik Perbandingan Konsentrasi yang Dihasilkan

