



**DESAIN EKSTRAKTOR UNTUK ANALISA NITRAT DAN KALIUM
DALAM TANAH PERTANIAN DENGAN METODE POTENSIOMETRI**

SKRIPSI

Oleh:

**Restu Tri Utami
NIM 081810301039**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2013**



**DESAIN EKSTRAKTOR UNTUK ANALISA NITRAT DAN KALIUM
DALAM TANAH PERTANIAN DENGAN METODE POTENSIOMETRI**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan program studi kimia (S1)
dan mencapai gelar sarjana sains

Oleh:

Restu Tri Utami

NIM 081810301039

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

2013

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda Agus Suharno dan Ibunda Mimin Sulastini tercinta, serta semua keluarga terima kasih sedalam-dalamnya atas doa, dukungan, motivasi, perhatian dan kasih sayang yang tiada henti. Semoga Allah SWT senantiasa mencurahkan rahmat dan karuniannya baik di dunia maupun di akhirat. Amin;
2. Guru-guru di SDN Gucialit 02 dan SDN Tompokersan 1, SMP N 1 Sukodono, SMA N 1 Lumajang serta dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu dan membimbing dengan penuh kesabaran;
3. Almamater tercinta Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTTO

Jadikan sabar dan sholat sebagai penolongmu, sesungguhnya Allah beserta orang-orang yang sabar

(Terjemahan Q.S. Al-Baqarah: 153)^{*)}

Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan

(Terjemahan Q.S. Alam Nasyroh ayat 6)^{*)}

^{*)} Departemen Agama Republik Indonesia.1998. *Al Qur'an dan Terjemahannya*.

Semarang : PT Karya Toha Putra

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Restu Tri Utami

NIM : 081810301039

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Desain Ekstraktor Untuk Analisa Nitrat dan Kalium Dalam Tanah Pertanian Dengan Metode Potensiometri” 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 adanya tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 18 Februari 2013

Yang menyatakan,

Restu Tri Utami

NIM 081810301039

SKRIPSI

DESAIN EKSTRAKTOR UNTUK ANALISA NITRAT DAN KALIUM DALAM TANAH PERTANIAN DENGAN METODE POTENSIOMETRI

Oleh

Restu Tri Utami

NIM 081810301039

Pembimbing

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

Dosen Pembimbing Anggota : Drs. Zulfikar, Ph.D

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Desain Ekstraktor Untuk Analisa Nitrat dan Kalium Dalam Tanah Pertanian Dengan Metode Potensiometri” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada

Hari, Tanggal :

Tempat: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

Tim Penguji

Ketua (DPU),

Sekretaris (DPA),

Drs. Siswoyo, M.Sc, Ph.D

NIP. 196605291993031003

Drs. Zulfikar, Ph.D

NIP. 196310121987021001

Penguji I,

Penguji II,

Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si

NIP. 197107031997021001

Drs. Mukh. Mintadi

NIP. 196410261991031001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Jember,

Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D

NIP 196101081986021001

RINGKASAN

Desain Ekstraktor Untuk Analisa Nitrat dan Kalium Dalam Pertanian Dengan Metode Potensiometri; Restu Tri Utami, 081810301039; 2013: 59 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Potensiometri merupakan suatu cara analisa yang didasarkan pada pengukuran potensial sel suatu elektroda kerja. Salah satu teknik saat ini yang digunakan untuk analisis tanah adalah potensiometri yang berbasis elektroda selektif ion yaitu suatu elektroda yang berfungsi sebagai sensor yang bekerja secara potensiometri dan akan memberikan respon berupa potensial listrik terhadap ion tertentu secara selektif. Pengukuran menggunakan elektroda selektif ion mempunyai kelebihan antara lain relatif murah, mudah digunakan dan memiliki jangkauan aplikasi yang sangat luas, selektif dan memiliki waktu respons cepat. Komponen utama portable ekstraktor untuk analisis nitrat dan kalium menggunakan metode potensiometri adalah dua buah wadah plastik, timbangan, canebo, elektroda selektif ion nitrat dan kalium, dan elektroda pembanding LiAc dari ELIT. Wadah plastik merupakan tempat sampel dimana dilakukan pengocokan agar sampel homogen, wadah plastik berikutnya merupakan tempat filtrat yang diserapkan pada canebo. Timbangan berfungsi untuk menimbang sampel pada saat pengukuran lapangan. Kelebihan portable ekstraktor antara lain Tidak membutuhkan tempat sampel dari bahan gelas, sehingga lebih mudah didapat dan harganya murah, Sampel lebih fresh, sehingga komponen tanah tidak berubah dan Proses filtrasi lebih cepat. Dari kelebihan tersebut, portable ekstraktor juga mempunyai kelemahan yaitu Sulit dalam hal membawa peralatan ke lapangan, dimana banyak peralatan yang dibawa misalnya digital voltmeter yang terlalu besar dan rangkaian antara tempat filtrat tidak menjadi satu dengan elektroda.

Penelitian ini dilaksanakan dalam empat tahap percobaan. Tahap pertama yaitu mengetahui respon elektroda terhadap variasi ekstraktan dengan menggunakan 4 variasi ekstraktan yaitu air, KCl 1 M, CaCl₂ 0,01 M, dan (NH₄)₂SO₄ 0,04 M untuk nitrat. Sedangkan untuk kalium yaitu air, (NH₄)OAc 1 N pH 7, CaCl₂ 0,01 M, dan

HNO₃ 1 N. Ekstraktan optimum yang didapatkan untuk nitrat dan kalium adalah CaCl₂ 0,01 M.

Tahap kedua yaitu mengetahui respon elektroda terhadap variasi waktu pengadukan. Variasi waktu yang digunakan yaitu 5, 15, 25, 35, dan 45 menit. Waktu optimum diperoleh dari potensial yang terbesar. Hasil pengukuran nitrat dan kalium bahwa antara waktu 5-45 menit, besarnya nilai beda potensial menunjukkan tidak ada perbedaan beda potensial secara signifikan sehingga waktu 5 menit dapat digunakan sebagai waktu optimum dengan pertimbangan efisiensi waktu.

Tahap ketiga yaitu pengukuran aplikasi lapangan menggunakan portable ekstraktor dengan menggunakan ekstraktan dan waktu optimum. Hasil menunjukkan bahwa konsentrasi antara *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa nitrat dan kalium memiliki korelasi, kurva korelasi menunjukkan garis yang linier. Besarnya nilai regresi nitrat dan kalium menggunakan *portable* ekstraktor dari kurva kalibrasi adalah 0,982 dan 0,994 sedangkan menggunakan ekstraktor biasa regresi yang diperoleh yaitu 0,983 dan 0,995. Limit deteksi yang diperoleh dari *portable* ekstraktor untuk nitrat dan kalium yaitu sebesar 0,56 dan 1,06 ppm, menggunakan ekstraktor biasa sebesar 0,73 dan 0,44 ppm serta reproduibilitas nitrat sebesar 0 % sampai 0,42% dan kalium sebesar 0,15% sampai 0,55%, sedangkan menggunakan ekstraktor biasa reproduibilitas nitrat sebesar 0% sampai 0,18% dan kalium sebesar 0% sampai 0,62%.

Penelitian tahap ke empat yaitu perbandingan hasil analisis antara portable ekstraktor, ekstraktor biasa dan metode standart yang digunakan yaitu flame photometer dan spektrofotometer. Hasil uji analisis varians satu arah untuk nitrat dan kalium yaitu besarnya nilai F hitung > F tabel, artinya terdapat perbedaan rata-rata dari ketiga metode tersebut untuk analisis nitrat dan kalium di setiap lokasi tanah. Ketiga pengukuran tersebut bukan karena berbeda secara keseluruhan, tetapi bisa saja ekstraktan yang digunakan pada potensiometri tidak dapat digunakan pada pengukuran menggunakan metode spektrometri sehingga ketiga pengukuran tersebut berbeda secara nyata.

PRAKATA

Puji syukur alhamdulillah ke hadirat Allah SWT atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Desain Ekstraktor Untuk Analisa Nitrat dan Kalium Dalam Tanah Pertanian Dengan Metode Potensiometri”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

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

1. Prof. Drs. Kusno, DEA, Ph.D selaku Dekan Fakultas MIPA Universitas Jember;
2. Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc, Ph.D selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember;
3. Bapak Drs. Siswoyo, M.Sc, Ph.d selaku Dosen Pembimbing Utama, Bapak Zulfikar, Ph.D selaku Dosen Pembimbing Anggota, yang telah meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran serta perhatiannya untuk memberikan dukungan, dan pengarahan demi terselesaikannya penulisan skripsi ini;
4. Bapak Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si selaku Dosen Penguji I dan bapak Drs. Mukh. Mintadi selaku Dosen Penguji II, yang telah meluangkan waktunya guna menguji, serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. bapak dan ibu dosen-dosen FMIPA UNEJ, dan dosen-dosen Jurusan Kimia khususnya yang telah banyak memberikan ilmu dan pengetahuan;
6. Mas Alfian Ilham terima kasih atas dorongan semangat dan perhatian yang diberikan selama ini;
7. teman-teman angkatan 2008, terima kasih untuk semua kekompakan, segala bantuan, semangat, dan kenangan yang telah diberikan;

8. teman-teman laboratorium kimia instrumen ulil, citra, putri, dan nila terima kasih atas kerjasama dan kekompakannya;
9. teman-teman Kos Merak Barat yang tidak bisa disebutkan satu per satu kenangan kalian tak kan terlupakan;
10. semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu.

Penulis menerima segala bentuk kritik dan saran yang sifatnya membangun. Akhirnya penulis berharap, semoga karya tulis ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan.

Jember, 18 Februari 2013

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN MOTTO	iv
HALAMAN PERNYATAAN.....	v
HALAMAN PEMBIMBING	vi
HALAMAN PENGESAHAN.....	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA.....	x
DAFTAR ISI.....	xii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR GAMBAR.....	xvi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xviii
BAB 1. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan.....	4
1.5 Manfaat.....	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Tanah	5
2.1.1 Sifat Kimia Tanah	6
2.2 Teknologi Pengolahan Tanah	10
2.2.1 Teknologi URT (<i>Uniform Rate Technology</i>)	10
2.2.2 Teknologi VRT (<i>Variable Rate Technology</i>)	10

2.3 Analisis Tanah	11
2.3.1 Pengambilan Contoh Tanah.....	11
2.3.2 Ekstraksi.....	11
2.3.3 Ekstraksi cair-cair	12
2.3.4 Ekstraksi padat-cair (<i>leaching</i>).....	13
2.3.5 Potensiometri	14
2.3.5.1 Elektroda Selektif Ion	15
2.4 Soil Extractant	16
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Tempat Penelitian dan Waktu.....	18
3.2 Alat dan Bahan.....	18
3.2.1 Alat.....	18
3.2.2 Bahan	18
3.3 Diagram Alir Penelitian	19
3.4 Prosedur Penelitian.....	20
3.4.1 Pembuatan larutan.....	20
3.4.1.1 Ekstraktan	20
3.4.1.2 Larutan standart nitrat dan kalium	21
3.4.2 Pengambilan sampel	21
3.4.3 Desain ekstraktor untuk analisa nitrat dan kalium.....	22
3.4.4 Penetapan kadar air	22
3.4.5 Pengukuran analit menggunakan metode potensiometri (<i>Ion Selective Electrode</i>)	23
3.4.5.1 Penentuan kondisi optimum ekstraktan	23
3.4.5.2 Penentuan waktu optimum	24
3.4.6 Pengukuran analit menggunakan <i>portable</i> ekstraktor dengan metode potensiometri	24
3.4.7 Pengukuran analit menggunakan spektrofotometer UV-VIS ...	25
3.4.8 Pengukuran analit menggunakan <i>flame photometer</i>	25

3.4.9 Karakteristik Pengukuran Metode Potensiometri	26
3.5 Analisis Data	26
3.5.1 Anova <i>One Way</i>	28
3.5.2 Uji-t	29
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Desain Instrumen Portable Ekstraktor Menggunakan Metode	
Potensiometri	30
4.2 Model Pemisahan/model ekstraksi	31
4.3 Kondisi Optimum Analisis Nitrat dan Kalium	33
4.3.1 Variasi Jenis Ekstraktan	33
4.3.2 Variasi Waktu Pengadukan	37
4.4 Pengukuran Kadar Air (Kadar Lengas) Tanah	41
4.5 Pengukuran Nitrat dan Kalium Menggunakan <i>Portable</i>	
Ekstraktor Dengan Metode Potensiometri	42
4.6 Perbandingan Pengukuran Nitrat dan Kalium Menggunakan	
Metode Potensiometri Menggunakan Portable Ekstraktor	
dengan Metode Standart (flame photometer dan	
spektrofotometer)	48
4.7 Karakteristik Pengukuran Nitrat dan Kalium dengan Metode	
Potensiometri	48
4.7.1 Daerah Linier	48
4.7.2 Sensitivitas	51
4.7.3 Limit Deteksi	51
4.7.4 Reprodusibilitas	52
BAB 5. PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	55
5.2 Saran	55
DAFTAR PUSTAKA	56
LAMPIRAN.....	60

DAFTAR TABEL

	Halaman
4.1 Perbedaan <i>Portable</i> Ekstraktor dengan Ekstraktor Biasa	47
4.2 Limit deteksi hasil pengukuran dengan literatur	52

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
3.1 Diagram Alir Penelitian	19
3.2 Desain Instrumen <i>Portable</i> Ekstraktor Analisis Nitrat dan Kalium	22
4.1 Desain <i>portable</i> ekstraktor (<i>home made</i>) di lapangan	30
4.2 Model pemisahan menggunakan <i>portable</i> ekstraktor	32
4.3 Model pemisahan menggunakan ekstraktor biasa	33
4.4 Grafik Optimasi Ekstraktan Nitrat	34
4.5 Grafik pembuktian ekstraktan KCl sebagai pengganggu	35
4.6 Grafik Optimasi Ekstraktan Kalium	36
4.7 Grafik pembuktian ekstraktan (NH ₄)OAc sebagai pengganggu	36
4.8 Grafik Optimasi Waktu Pengadukan Nitrat tanah A	37
4.9 Grafik Optimasi Waktu Pengadukan Nitrat tanah B	38
4.10 Grafik Optimasi Waktu Pengadukan Nitrat tanah C	38
4.11 Grafik Optimasi Waktu Pengadukan Kalium tanah A	39
4.12 Grafik Optimasi Waktu Pengadukan Kalium tanah B	40
4.13 Grafik Optimasi Waktu Pengadukan Kalium tanah C	40
4.14 Grafik Perbandingan konsentrasi nitrat antara <i>portable</i> ekstraktor dan Ekstraktor biasa dengan ekstraktan CaCl ₂	42
4.15 Grafik Perbandingan konsentrasi nitrat antara <i>portable</i> ekstraktor dan Ekstraktor biasa dengan ekstraktan Air	42
4.16 Grafik Perbandingan konsentrasi kalium antara <i>portable</i> ekstraktor dan Ekstraktor biasa dengan ekstraktan CaCl ₂	43
4.17 Grafik Perbandingan konsentrasi kalium antara <i>portable</i> ekstraktor dan Ekstraktor biasa dengan ekstraktan Air	44
4.18 Kurva korelasi konsentrasi nitrat antara <i>portable</i> ekstraktor dan Ekstraktor biasa dengan ekstraktan CaCl ₂	45
4.19 Kurva korelasi konsentrasi nitrat antara <i>portable</i> ekstraktor dan	

Ekstraktor biasa dengan ekstraktan Air	45
4.20 Kurva korelasi konsentrasi kalium antara portable ekstraktor dan Ekstraktor biasa dengan ekstraktan CaCl_2	46
4.21 Kurva korelasi konsentrasi kalium antara portable ekstraktor dan Ekstraktor biasa dengan ekstraktan Air	46
4.22 Kurva kalibrasi dari perubahan konsentrasi nitrat dengan ekstraktor biasa	49
4.23 Kurva kalibrasi dari perubahan konsentrasi nitrat dengan <i>portable</i> ekstraktor	49
4.24 Kurva kalibrasi dari perubahan konsentrasi kalium dengan ekstraktor biasa	50
4.25 Kurva kalibrasi dari perubahan konsentrasi kalium dengan <i>portable</i> ekstraktor	50
4.26 Uji reproduibilitas pada nitrat menggunakan ekstraktor biasa.....	52
4.27 Uji reproduibilitas pada nitrat menggunakan <i>portable</i> ekstraktor	52
4.28 Uji reproduibilitas pada kalium menggunakan ekstraktor biasa	53
4.29 Uji reproduibilitas pada kalium menggunakan <i>portable</i> ekstraktor.....	53

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Prosedur Preparasi Bahan	60
A.1 Larutan standart nitrat 1000 ppm 1000 mL	60
A.2 Larutan standart kalium 1000ppm 1000 mL	60
A3 Larutan ISA NaCl 2,5 M	60
A4 Larutan ISA (NH ₄) ₂ SO ₄ 2M	60
B. Spesifikasi Elektroda	61
C. Respon Elektroda Terhadap Variasi Ekstraktan	62
C.1 Nitrat	62
C.2 Kalium	62
D. Respon Elektroda Terhadap Variasi Waktu Pengadukan	63
D.1 Nitrat	63
D.2 Kalium	64
E. Limit Deteksi	67
F. Reprodusibilitas	70
G. Perhitungan Kadar Air (Kadar Lengas)	74
H. Uji Anova <i>One Way</i>	76
H.1 Nitrat	76
H.2 Kalium	82

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pertanian merupakan salah satu kegiatan yang mendasar bagi kehidupan manusia terutama dalam memenuhi kebutuhan sektor pangan. Untuk memenuhi kebutuhan sektor pangan tersebut maka saat ini perlu di upayakan untuk senantiasa menjaga kesuburan tanah. Kesuburan tanah merupakan kemampuan tanah untuk menyediakan unsur hara yang cukup dalam jumlah dan proporsi yang seimbang. Sementara unsur hara merupakan nutrisi yang terdapat di dalam tanaman yang dibutuhkan untuk tumbuh kembang tanaman. Berdasarkan tingkat kebutuhannya maka unsur hara dapat di golongan menjadi 2 bagian yaitu unsur hara makro dan unsur hara mikro. Unsur hara makro adalah unsur hara yang dibutuhkan oleh tanaman dalam jumlah besar, sedangkan unsur hara mikro adalah unsur hara yang dibutuhkan dalam jumlah kecil atau sedikit.

Sistem pertanian di Indonesia saat ini umumnya masih menggunakan teknologi perlakuan seragam atau URT (*uniform rate technology*) dimana masih cenderung melakukan perlakuan yang sama untuk lahan pertanian. Perlakuan terhadap varietas tanaman, penyiapan lahan, pupuk, pestisida dan herbisida diterapkan secara seragam. Hal ini menyebabkan pertumbuhan optimum dari tanaman tidak tercapai dengan baik (Tran dan Nguyen, 2007). Teknologi perlakuan tidak seragam atau VRT (*Variable Rate Technology*) merupakan teknologi yang dapat digunakan sebagai alternatif untuk menggantikan teknologi URT. Secara agronomi, pengertian sistem *variable-rate* adalah target pemupukan didasarkan atas hasil dari pengujian kandungan unsur hara dalam tanah (Francis *et al*, 1996 dalam varsa *et al*, 1999) sehingga dengan teknologi VRT akan dilakukan aplikasi yang tepat seperti yang dibutuhkan oleh tanaman (Radite *et al*, 2010).

Salah satu prasyarat yang harus dilakukan untuk mendukung teknologi VRT adalah analisis tanah. Analisis tanah digunakan untuk membantu dalam penelitian kesuburan tanah agar dapat memberikan rekomendasi pemupukan yang sesuai kebutuhan setiap tanaman dimana salah satu cara analisis tanah adalah dengan cara ekstraksi menggunakan beberapa ekstrak. Salah satu unsur hara yang akan di analisis adalah nitrogen dan kalium. Nitrogen merupakan sumber hara makro yang terdapat di dalam tanah dan sebagian besar nitrogen yang terdapat di dalam tanah berbentuk nitrat (Messayu *et al.*, 2008). Nitrat diperoleh dari nitrogen melalui proses nitrifikasi nitrogen. Sedangkan kalium adalah salah satu nutrisi paling penting bagi tanaman karena kalium merupakan unsur makroelemen yang penting dalam pertumbuhan dan perkembangan tanaman (Ciesla *et al.*, 2007).

Beberapa peneliti telah melakukan pengukuran kandungan unsur hara di dalam tanah dengan menggunakan metode konvensional, yaitu metode titrimetri biasa. Metode ini merupakan metode baku yang telah lama digunakan dalam analisis tanah karena relatif sederhana, cepat dan murah. Dari kelebihan-kelebihan tersebut, metode ini juga mempunyai kelemahan yang sangat mendasar terutama dalam penentuan titik akhir titrasi. Kelemahan ini sering terjadi dalam suatu pengerjaan analisis yang mengakibatkan biasanya hasil pengukuran yang didapatkan (Watoni *et al.*, 2000).

Berdasarkan kelebihan dan kondisi VRT, maka sistem pertanian di Indonesia memerlukan instrumentasi yang cepat yang memiliki peran penting dalam kehidupan manusia dalam analisis tanah terutama dalam hal analisa unsur hara dalam tanah. Salah satu perangkat penting yang akan didesain untuk analisis tanah adalah ekstraktor. *Portable* ekstraktor sederhana didesain bertujuan agar pemupukan yang dilakukan dapat berlangsung tepat sesuai dengan kebutuhan setiap tanaman. Pengukuran menggunakan ekstraktor ini idealnya dapat dilakukan secara langsung di lapangan sehingga mampu mendeteksi kandungan unsur hara yang ada dalam tanah secara cepat dan akurat tanpa harus di bawa ke laboratorium. Salah satu teknik yang

digunakan dalam pengukuran tanah saat ini adalah teknik potensiometri yang berbasis elektroda selektif ion.

Elektroda Selektif Ion (ESI) merupakan suatu elektroda yang berfungsi sebagai sensor yang bekerja secara potensiometri dan akan memberikan respon berupa potensial listrik terhadap ion tertentu secara selektif (Sawyer *et al.*, 1995). Bila dibandingkan dengan banyak teknik analisis lain elektroda selektif ion memiliki banyak kelebihan. Menurut (Rundle dan chris, 2011) elektroda selektif ion relatif murah, mudah digunakan, memiliki jangkauan aplikasi yang sangat luas, selektif dan memiliki waktu respons cepat. Berdasarkan alasan-alasan tersebut, maka digunakan ekstraktor dengan teknik potensiometri yang berbasis Elektroda Selektif Ion sebagai metode alternatif yang dapat diterapkan dalam analisis unsur kalium dan nitrat dalam tanah secara mudah, cepat dan efisien.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana desain *portable* ekstraktor untuk pengukuran nitrat dan kalium dalam tanah dengan teknik potensiometri?
2. Bagaimana pengaruh variasi jenis ekstraktan dan variasi waktu pengadukan terhadap respon ESI dalam mengukur kalium dan nitrat dalam tanah secara potensiometri ?
3. Bagaimana perbandingan pengukuran antara ekstraksi menggunakan metode ekstraktor dengan metode standar yang ada?

1.3 Batasan Masalah

1. Elektroda yang digunakan adalah elektroda komersial
2. Sampel tanah diambil di Agrotechnopark Fakultas Pertanian Universitas Jember, tanah jurusan F MIPA Kimia, dan tanah kos kalimantan.
3. Variasi ekstraktan yang digunakan untuk nitrat yaitu air, KCl 2M, CaCl₂ 0,01M, dan (NH₄)₂SO₄ 0,04M. Sedangkan ekstraktan untuk kalium air, CaCl₂ 0,01M, (NH₄)OAc 1M pH 7, dan HNO₃ 1N

4. Variasi waktu pengadukan yang digunakan adalah 5, 15, 25, 35, 45 menit.

1.4 Tujuan

1. Untuk mengetahui desain *portable* ekstraktor untuk pengukuran kadar nitrat dan kalium dalam tanah dengan teknik potensiometri
2. Untuk mengetahui pengaruh variasi ekstraktan dan variasi waktu pengadukan terhadap respon Elektroda Selektif Ion dalam mengukur kalium dan nitrat dalam tanah dengan teknik potensiometri
3. Untuk mengetahui perbandingan antara ekstraksi menggunakan metode ekstraktor dengan metode standart yang ada.

1.5 Manfaat Penelitian

1. Diperoleh informasi ilmiah di bidang kimia tentang desain *portable* ekstraktor.
2. Diperoleh informasi kondisi optimasi waktu dan ekstraktan
3. Diperoleh informasi mengenai perbandingan antara ekstraksi menggunakan metode ekstraktor dengan metode standart yang ada.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tanah

Tanah merupakan lapisan kerak bumi yang melapuk yang terdiri dari bahan mineral dan bahan organik yang terletak di permukaan sampai kedalaman tertentu yang dipengaruhi oleh faktor-faktor genetis lingkungan (Winarso, 2005). Komponen tanah terdiri dari 4 macam yaitu mineral (45%), organik (5%), air (20-30%), udara (20-30%). Mineral tanah berasal dari hasil pelapukan bahan induk tanah (berupa batuan baik yang terkonsolidasi maupun tidak terkonsolidasi setelah mengalami proses pelapukan). Berdasarkan sifatnya, mineral (proses kejadiannya) dapat dipisahkan atas: (1) mineral primer dan (2) mineral sekunder (hasil pembentukan baru) (Sutanto, 2005).

Kerangka penyusun tanah tidak hanya terdiri atas bahan mineral saja (tubuh tanah mineral). Bahan organik tanah dapat didefinisikan sebagai sisa-sisa tanaman dan hewan di dalam tanah pada berbagai pelapukan baik masih hidup maupun mati (Winarso, 2005). Bahan organik juga mempunyai kontribusi (tubuh tanah organik). Kontribusi bahan organik terhadap tanah sebagai tubuh alam adalah sumber N tanah dan unsur hara lainnya, terutama S dan P; berperan penting dalam pembentukan struktur tanah; mempengaruhi keadaan air, udara dan temperatur tanah; serta mempengaruhi tingkat kesuburan tanah (Sutanto, 2005). Bahan organik terdiri dari: 75% air dan 25% padatan yang terdiri dari unsur C, H, O, N, S, P, Ca, K, Mg dll (Wijaya, 2011).

Tanah pada kedalaman tertentu selalu dijenuhi air yang disebut air tanah. Air tanah dapat dibedakan menjadi dua, yaitu air tanah dangkal dan air tanah dalam. Air tanah dangkal terdapat pada bidang tanah yang mempunyai pengaruh besar terhadap proses pembentukan tanah. Melalui profil, kedalaman air tanah dapat diduga berdasarkan tinggi muka air tanah yang selalu mengalami periode naik turun sesuai

dengan keadaan musim atau faktor lingkungan luar lainnya. Menurut Wijaya (2011) Persediaan air di dalam tanah tergantung dari curah hujan dan air irigasi, kemampuan tanah menahan air, besarnya evapotranspirasi dan tingginya muka air tanah.

Udara tanah seperti halnya air tanah mempunyai peranan penting ditinjau dari aspek ekologi (respirasi perakaran tanaman dan mikroorganisme) dan pedogenesis (proses oksidasi dan reduksi). Kandungan air dan udara dalam pori tanah saling tergantung. Apabila tanah dijenuhi air maka kandungan udara nol kecuali udara yang larut dalam larutan tanah; pada kondisi tanah kering seluruh ruang pori terisi udara. Kandungan udara pada kapasitas lapangan disebut kapasitas udara, dan ini sesuai dengan bagian pori tanah yang tidak terisi air ($\text{pori} > 10 \mu\text{m}$). Kapasitas udara bervariasi tergantung pada volume pori dan kandungan air pada kapasitas lapangan dengan nilai rata-rata kurang lebih 40% untuk pasir, 20% untuk geluh dan debu, dan 10% untuk lempung (Sutanto, 2005).

2.1.1 Sifat Kimia Tanah

a. Pertukaran Ion

Sifat pertukaran ion berperan dalam penilaian tingkat kesuburan tanah. Koloid tanah yang berperan aktif dalam proses pertukaran dan jerapan ion adalah koloid anorganik (mineral lempung) dan koloid organik (humus) (Sutanto, 2005). Kapasitas tukar kation merupakan kapasitas atau kemampuan tanah menjerap dan melepaskan kation (Tan, 1991). Kation tertukarkan yang paling penting adalah Ca, Mg, K, Na, H, Al, yang relatif lebih rendah adalah NH_4^+ dan Fe, dan dalam jumlah sedikit Mn, Cu, dan Zn.

Pertukaran ion lain disebut KTA (Kapasitas Tukar Anion). Pengertian kapasitas tukar anion (KTA) hampir sama dengan KTK, akan tetapi yang dipertukarkan disini adalah anion (senyawa atau unsur yang bermuatan negatif) (Winarso, 2005). Pertukaran anion pada permukaan koloid yang bermuatan positif dimiliki oleh oksida besi alumunium. Pada umumnya, tanah mineral mempunyai

KTK > KTA, kecuali tanah-tanah yang kaya oksidasi Fe atau Al yang mempunyai relatif KTA lebih tinggi (Sutanto, 2005).

b. Reaksi tanah (pH tanah)

Reaksi tanah diukur dan ditulis dengan pH, sama dengan $-\log [H^+]$, berkisar antara 10^{-1} sampai 10^{-12} mol/liter. pH didefinisikan sebagai kemasaman atau kebasahan relatif suatu bahan (Winarso, 2005). Makin tinggi konsentrasi ion H, makin rendah $-\log[H^+]$ atau pH tanah, dan makin asam reaksi tanah. Pada umumnya, keasaman tanah dibedakan atas asam, netral, dan basa. Ion H^+ dihasilkan oleh kelompok organik yang dibedakan atas: kelompok karboksil R-COOH dan kelompok fenol R-OH, H_2CO_3 , hidrat Al^{3+} , oksidasi senyawa S atau penggunaan pupuk yang bereaksi asam (superfosfat, amonium sulfat). Penyebab keasaman tanah disebabkan oleh ion H^+ yang dihasilkan pada saat terjadi pelindian kation-kation dalam tanah. Keadaan pH tanah mineral dipengaruhi oleh kandungan kation dalam batuan induk. Kation-kation dilepaskan pada saat terjadi pelapukan dan KTK dari koloid tanah dijenuhi oleh kation sampai konsentrasi tertentu (Sutanto, 2005).

c. Sifat redoks tanah

Tanah banyak mengandung sistem oksidasi-reduksi yang bersifat dapat balik (reversible) dalam waktu yang relatif singkat. Redoks potensial tinggi terjadi pada tanah-tanah dengan penghawaan (aerasi) baik dan lebih banyak O_2 dalam larutan tanah sehingga makin banyak senyawa yang teroksidasi (oksidasi Fe, Mn, hidroksida, nitrat, sulfat). Contoh : tanah yang mempunyai pengaliran baik dengan air tanah dalam dan kandungan bahan organik yang mudah terdekomposisi rendah. Redoks potensial rendah terjadi pada tanah yang kahat O_2 sehingga banyak senyawa yang tereduksi (Fe^{2+} , Mn^{2+} , NH_4^+ , S^{2-}) dan bahan organik menjadi mudah terdekomposisi. Contoh : tanah hidromorfik (Sutanto, 2005).

d. Nitrogen

Nitrogen merupakan unsur yang paling banyak mendapat perhatian dalam hubungannya dengan pertumbuhan tanaman. Nitrogen secara umum dapat dibagi dalam 2 bentuk yaitu bentuk organik dan bentuk anorganik. Bentuk anorganik terdapat sebagai senyawa amonium, nitrit, nitrat, N₂O, NO, dan gas N₂. Senyawa N₂O, NO dan gas N₂ merupakan bentuk-bentuk yang hilang dari tanah dalam wujud gas akibat proses denitrifikasi (Hakim *et al.*, 1986).

Nitrogen diserap perakaran tanaman dalam bentuk ion nitrat dan amonium (Tisdale *et al.*, 1975). Nitrogen memegang peranan penting sebagai penyusun klorofil, yang menjadikan daun berwarna hijau. Peran utama nitrogen dalam tanaman adalah merangsang pertumbuhan batang, cabang, dan daun (Lingga, 2001). Fungsi nitrogen yang lain adalah dorongan pertumbuhan vegetatif. Pertumbuhan itu tidak dapat berlangsung kecuali ada unsur hara fosfor, kalium, dan unsur-unsur hara lainnya yang tersedia secara cukup (Foth, 1994).

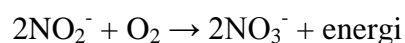
Senyawa nitrat dapat berasal dari berbagai kemungkinan reaksi yaitu melalui fiksasi nitrogen dan dinitrifikasi.

1. Fiksasi nitrogen

Merupakan suatu proses melalui aktifitas jasad renik baik simbiotik maupun non simbiotik dengan bantuan cahaya sehingga terjadi pertukaran nitrogen udara menjadi nitrogen dalam tanah (Sutedjo *et al.*, 1991).

2. Nitrifikasi

Proses perubahan nitrogen dari senyawa ammonia menjadi senyawa nitrat, melibatkan berbagai bakteri autotrof, terutama dalam oksidasi ammonia bebas ke bentuk nitrat (Sutedjo *et al.*, 1991). Persamaan reaksinya adalah sebagai berikut.



Reaksi pembentukan nitrit dari amonium dikatalisis oleh bakteri nitrosomonas, sedangkan perubahan nitrit menjadi nitrat dikatalisis oleh bakteri

nitrobakter. Nitrifikasi bersifat reversibel, dibawah kondisi anaerob karena reduksi nitrit menjadi sumber energi bagi bakteri untuk memperbanyak diri (Mulyani, 1996).

Nitrifikasi berakibat pada keberadaan nitrogen tersedia dalam tanah sebagai anion. Pada sawah nitrogen yang digunakan dalam bentuk ammonium, karena kondisi anaerob menghambat nitrifikasi ammonium. Nitrat stabil dalam tanah yang aerasinya baik dan cepat dipindahkan oleh air tanah kepermukaan akar tetapi juga cepat dicuci tanah. Nitrogen dilindungi dari pencucian dan denitrifikasi dengan cara mengubahnya dalam bentuk ammonium. Pada tanah yang aerasinya baik ammonium dalam pupuk cepat diubah menjadi nitrat, sehingga respon tanaman pada pupuk ammonium sama seperti terhadap pupuk nitrat. Nitrifikasi berakibat dalam produksi ion-ion hidrogen dan potensi untuk meningkatkan keasaman tanah (Foth, 1998).

e. Kalium

Kalium merupakan unsur golongan IA dengan nomor atom 19 dan nomor massa 39,102 (Cotton dan Wilkinson, 1996). Kalium merupakan kation monovalen (K^+) yang diserap oleh akar tanaman yang lebih besar jumlahnya dari kation lainnya, ditemukan pada cairan sel tanaman yang tidak terikat secara kuat dan bukan merupakan bagian dari jaringan tua ke titik-titik pertumbuhan akar dan tajuk (Spark, 1996).

Peranan K dalam tanaman berhubungan dengan kualitas hasil penambahan resistansi tanaman terhadap patogen-patogen tanaman. Beberapa fungsi kalium dalam tubuh tanaman antara lain sebagai pengaktif beberapa enzim, berhubungan dengan pengatur air dan energi, dan berperan dalam sintesis protein pati (Poerwidodo, 1993). Kekuatan tanah untuk menyediakan K sangat ditentukan oleh faktor kapasitasnya berupa kejenuhan K. Sumber K untuk tanah yang utama berasal dari pupuk dan mineral K (Indranada, 1994). Kalium di dalam jaringan tanaman ada dalam bentuk kation dan bervariasi sekitar 1,7% hingga 2,7% dari berat kering daun yang tumbuh secara normal (Winarso, 2005).

2.2 Teknologi Pengolahan Tanah

2.2.1 Teknologi URT (*Uniform Rate Technology*)

Teknologi perlakuan seragam atau URT (*Uniform Rate Technology*) merupakan teknologi yang memberikan perlakuan yang sama terhadap lahan pertanian tanpa memperhatikan kondisi tanah baik sifat kimia seperti kandungan hara/nutrisi dan pH tanah maupun sifat fisik seperti tekstur dan struktur tanah. Perlakuan dosis pupuk seragam tidak memperhatikan produktivitas lahan. Sehingga menyebabkan respon penerimaan dosis pupuk akan berbeda-beda. Akan terdapat tanaman yang menerima dosis pupuk kurang dari yang dibutuhkan dan terdapat pula tanaman yang akan menerima dosis melebihi dosis yang dibutuhkan (Azis, 2011).

2.2.2 Teknologi VRT (*Variable Rate Technology*)

Variable-rate technology (VRT) dan sistem aplikasi yang terintegrasi memberikan pengertian bahwa aplikasi pemupukan diberikan hanya dalam jumlah atau dosis tertentu berdasarkan lokasi yang membutuhkan. Secara argonomi, sistem *variable-rate* memberikan pengertian bahwa target pemupukan didasarkan atas hasil pengujian tanah dan berhubungan dengan sistem informasi kandungan hara tanah. Secara ekonomi, sistem *variable rate* berhubungan dengan biaya yang harus dikeluarkan untuk pemupukan pada suatu areal pertanian. Pendekatan lingkungan, sistem *variable-rate* membantu untuk mencegah pemupukan yang berlebihan yang dapat menyebabkan terjadinya masalah lingkungan (Wollenhaupt, *et al*, 1993 dalam Radite, 2001).

Menurut survei yang dilakukan oleh Arnholt (2001) dalam aziz (2011), di Ohio menunjukkan bahwa penerapan pertanian presisi (*precision farming*) merupakan faktor yang sangat penting untuk meningkatkan keuntungan petani. Komponen sistem pertanian presisi yang banyak diterapkan adalah *grid soil sampling* dan VRT. Aplikasi VRT untuk pupuk Phospor (P) dan Potasium (K) digunakan lebih dari 60% kelompok tani, sedangkan hanya sekitar 15% kelompok tani yang menggunakan VRT untuk pupuk Nitrogen (N) dan hanya sedikit petani yang

menggunakannya untuk pupuk mikro. Tidak ada petani yang menggunakan VRT untuk pestisida dan penanaman biji-bijian.

2.3 Analisa Tanah

Tanah sebagai salah satu unsur habitat perlu diketahui kapasitas kemampuannya jika hendak melakukan pertanaman pada tanah itu. Untuk mengetahui kapasitas kemampuan itu perlu dilakukan penelitian-penelitian dengan cara analisis (penguraian) terhadap tanah tersebut. Proses analisa tanah langkah-langkah yang sangat perlu diperhatikan yaitu pengekstrakan/pemisahan bagian yang akan ditetapkan kadarnya dari contoh tanah dan menentukan dari bagian yang telah terpisahakan/terekstrak itu kadar zat yang terkandung pada tanah (Sutedjo, 1992).

2.3.1 Pengambilan Contoh Tanah

Hasil analisa tanah yang dapat diperoleh akan sangat tergantung dari beberapa faktor antara lain pada cara pengambilan serta pengerjaan contoh-contoh tanah yang dianalisa tersebut. Cara-cara tersebut antara lain memperhatikan tentang kebersihan permukaan tanahnya, apakah telah terbebas dari tanaman, daun-daunan, sisa tanaman dan kotoran-kotoran lainnya, baru setelah benar-benar bersih dilakukan pengambilan. Contoh tanah individu diambil dengan menggunakan alat bor tanah, tabung hoffer, cangkul ataupun sekop dari bagian/lapisan tanah sedalam 10-20 cm. Contoh-contoh tanah individu (5-20 contoh) selanjutnya dicampur sehingga merata, bawa ke tempat yang teduh untuk ditebarkan agar menjadi kering udara. Banyaknya tanah kering udara yang diperlukan untuk suatu contoh adalah 500-1000 gram, kemudian diberi petunjuk dari mana/tempat mana tanah itu diambil, topografi (letak dan tinggi tempat) (Sutedjo, 1992).

2.3.2 Ekstraksi

Ada dua aktivitas dalam proses analisa tanah di laboratorium yaitu ekstraksi dan pengukuran. Ekstraksi meliputi penggunaan larutan reagent kimia untuk

memisahkan semua atau bentuk-bentuk unsur hara tersedia bagi tanaman. Hal ini disebabkan bahwa unsur/senyawa hara di dalam tanah tidak semuanya bebas akan tetapi berinteraksi atau bergabung dengan bagian-bagian tanah lainnya baik organik maupun anorganik. Sedangkan pengukuran adalah menentukan jumlah unsur hara yang terekstrak/terpisahakan. Hasil pengukuran sangat ditentukan oleh alat dan analisis (tenaga kerja) (Winarso, 2005).

Berdasarkan fase yang terlibat, terdapat dua jenis ekstraksi, yaitu ekstraksi cair-cair dan ekstraksi padat-cair. Pemindahan komponen dari padatan ke pelarut pada ekstraksi padat-cair melalui tiga tahapan, yaitu difusi pelarut ke pori-pori padatan atau ke dinding sel, di dalam dinding sel terjadi pelarutan padatan oleh pelarut, dan tahapan terakhir adalah pemindahan larutan dari pori-pori menjadi larutan ekstrak. Tingkat ekstraksi bahan ditentukan oleh ukuran partikel bahan tersebut. Bahan yang diekstrak sebaiknya berukuran seragam untuk mempermudah kontak antara bahan dan pelarut sehingga ekstraksi berlangsung dengan baik (Sudarmadji *et al.*, 1984).

2.3.3 Ekstraksi Cair-cair

Ekstraksi cair-cair (ekstraksi pelarut) merupakan suatu teknik dalam suatu larutan (biasanya dalam air) dibuat bersentuhan dengan suatu pelarut kedua (biasanya organik), yang pada hakekatnya tak tercampurkan dengan pelarut pertama, dan menimbulkan perpindahan satu atau lebih zat terlarut (*solute*) ke dalam pelarut dua itu. Ekstraksi pelarut umumnya digunakan dalam analisis untuk memisahkan suatu zat terlarut (atau zat-zat terlarut) yang dianggap penting dari zat yang mengganggu dalam analisis kuantitatif terakhir terhadap bahan tersebut, kadang justru zat terlarut pengganggu tidak diekstraksi secara selektif. Ekstraksi pelarut juga digunakan untuk memekatkan suatu spesi, yang dalam larutan air adalah terlalu encer untuk dianalisis. Pemilihan pelarut untuk ekstraksi ditentukan oleh pertimbangan-pertimbangan berikut :

1. Kelarutan yang rendah dalam fase air
2. Viskositas yang cukup rendah, dan perbedaan rapatan yang cukup besar dari fase airnya, untuk mencegah terbentuknya emulsi.
3. Toksisitas yang rendah dan tidak mudah terbakar.
4. Mudah mengambil kembali zat terlarut dari pelarut untuk proses proses analisis berikutnya

(Basset *et al.*, 1994).

2.3.4 Ekstraksi Padat-Cair (*Leaching*)

Ekstraksi padat-cair (*leaching*) adalah proses pemisahan zat padat yang terlarut dari campurannya dengan pelarut yang tidak saling larut. Pemisahan umumnya melibatkan pemutusan yang selektif, dengan atau tanpa difusi. Tetapi pada kasus yang ekstrim dari *simple washing* terdiri dari pertukaran (dengan pengadukan) dari satu cairan interstitial dengan yang lainnya, di mana terjadi pencampuran (Perry, 1997).

Leaching merupakan proses peluruhan bagian yang mudah terlarut (*solute*) dari suatu padatan dengan menggunakan suatu larutan (pelarut) pada temperatur dan proses alir tertentu. Proses ini dilakukan untuk mendapatkan bagian yang mudah terlarut karena lebih berharga dari padatannya, misalnya bahan tambang, minyak nabati, dan lain-lain, ataupun untuk menghilangkan bahan kontaminan yang mudah terlarut dari padatan yang lebih berharga, misalnya pigmen dari kontaminan kimiawi yang bisa atau mudah dilarutkan (Treybal, 1980).

a. Ekstraksi kalium

Ekstraksi dan penetapan kandungan kalium ditinjau dari segi penelitian kesuburan tanah, merupakan suatu tahap dari uji tanah. Macam-macam metode telah dikenal untuk menetapkan kalium tersedia dalam tanah yang dipakai sebagai indeks penyediaan kalium oleh tanah. Cara yang umum digunakan dan merupakan standart internasional adalah penetapan kalium tersedia yang menyangkut kalium dapat ditukar dan kalium terlarut dengan pengeksrak 1 N amonium asetat pH 7 (Soepartini

1988 dalam Herdiani, 2000). Peneliti lain menyatakan bahwa ekstraksi kalium tanah dengan larutan asam-asam atau garam-garam basa hasilnya tidak jauh berbeda dengan pengeksrak baku tersebut. Pengeksrak tersebut antara lain metode Bray 1 dan Bray 2 yang bisa digunakan untuk mengeksrak P dalam tanah (Doll and lucas 1973 dalam Herdiani, 2000).

a. Ekstraksi Nitrat

Penetapan nitrogen total dalam tanah dapat ditentukan dengan metode Kjeldahl yang didasarkan ketetapan bahwa senyawa nitrogen organik dan anorganik dapat dioksidasi dalam lingkungan asam sulfat membentuk amonium sulfat (Widjik & Hardjono, 1996). Nitrogen yang tersedia dalam tanah dapat diekstraksi dengan metode KCl. Dasar metode ekstraksi dengan KCl pada penetapan senyawa nitrogen (NH_4^+ dan NO_3^-) dalam tanah dapat dibebaskan oleh KCl 1N menjadi amonium klorida dan kalium nitrat (Bertrand, 2006 dalam noorizqiyah 2009). Menurut suhardi (2005) dalam noorizqiyah 2009 Nitrat dapat juga diekstrak dengan menggunakan CaCl_2 . Metode ekstraksi CaCl_2 yang digunakan pada penentuan nitrat telah memberikan hasil yang tidak berbeda nyata dengan metode ekstraksi KCl (Umariah 2007 dalam noorizqiyah 2009).

2.3.5 Potensiometri

Potensiometri adalah suatu cara analisa yang didasarkan pada pengukuran potensial sel suatu elektroda kerja. Potensiometri merupakan bagian dari teknik analisis elektrokimia, dimana beda potensial dua elektroda yang tidak terpolarisasi diukur pada kondisi arus mendekati nol (Khopkar, 1990). Pengukuran perbedaan potensial antara dua elektroda (*indicator electrode dan reference electrode*) pada kondisi arus mendekati nol bertujuan untuk mendapatkan informasi analitik tentang komposisi kimia dari larutan (Kellner *et al.*, 1998).

Elektroda yang digunakan dalam potensiometri adalah elektroda indikator dan elektroda pembanding. Elektroda pembanding merupakan elektroda yang harga potensial selnya diketahui, konstan dan sama sekali tidak peka terhadap komposisi

larutan yang sedang diselidiki. Elektroda indikator merupakan pasangan elektroda pembanding yang potensialnya tergantung pada konsentrasi zat yang sedang diselidiki (Day dan Underwood, 1986). Elektroda ini dibagi menjadi dua golongan yaitu elektroda logam dan elektroda membran (Sukarti, 1998). Elektroda logam terdiri dari *first kind electrode*, *second kind electrode*, *third kind electrode and redox electrode*. Elektroda indikator membran sering disebut elektroda selektif ion (ISE), karena selektifitasnya yang tinggi (Skoog dan Leary, 1990). Keuntungan yang penting dari elektroda membran ion selektif adalah dapat dirancang sesuai dengan penentuan ion yang dianalisis (Sukarti, 1998).

2.3.5.1 Elektroda Selektif Ion (ISE)

Elektroda Selektif Ion (ISE) merupakan setengah sel elektrokimia, yang terdiri dari sebuah membran selektif ion, larutan pengisi internal, dan sebuah elektroda referensi internal atau terdiri dari membran selektif ion dan sebuah solid contact. Elektroda selektif ion adalah suatu elektroda yang berfungsi sebagai sensor yang bekerja secara potensiometri dan akan memberikan respon berupa potensial listrik terhadap ion tertentu secara selektif. Elektroda selektif ion memiliki selektifitas dan sensitifitas yang baik untuk pengukuran aktifitas ion analit-analit tertentu (Sawyer *et al.*, 1995). Elektroda ini selektif terhadap ion-ion tertentu walaupun terdapat ion-ion tertentu walaupun terdapat ion-ion lain dalam larutan.

Potensial membran (E_m), menggambarkan kerja dari ESI, membran yang secara ideal selektif terhadap ion i , potensial membran pada arus nol adalah secara langsung berhubungan dengan aktifitas ion i yang terkandung dalam larutan.

$$E_m = \frac{RT}{Z_i F} \ln \frac{a'_i}{a''_i}$$

Dimana a'_i adalah aktifitas ion dalam larutan sampel, a''_i aktifitas ion i dalam larutan pengisi internal, dan Z_i adalah muatan ion i (Kellner *et al.*, 1998).

Metode potensiometri dengan ion selektif elektroda dapat digunakan untuk menganalisis ion nitrat. Elektroda selektif Ion nitrat memiliki membran polimer matriks PVC yang dirancang untuk mendeteksi ion nitrat (NO_3^-) dalam larutan air dan

cocok untuk lapangan dan aplikasi laboratorium (Nico, tanpa tahun). Eaton *et al.* (2009) menjelaskan prinsip elektroda nitrat bahwa elektroda selektif ion NO_3^- adalah sebuah sensor selektif yang menghasilkan potensial antara membran tipis, berpori, inert yang menahan air agar tidak bisa bercampur dengan larutan internal. Elektroda merespon aktivitas ion NO_3^- antara 10^{-5} dan 10^{-1} M (0,14-1400 mg N / L).

Menurut Ciesla *et al.* (2007) sejumlah metode telah dikenal untuk penentuan kandungan kalium dalam tanah. Elektroda selektif ion digunakan sebagai sistem pengukuran modern untuk melakukan analisis kimia tanah langsung di lapangan yang baru dikembangkan. Dalam sistem ini, elektroda selektif ion diterapkan sebagai sensor kimia. Eaton *et al.* (1995) menjelaskan prinsip elektroda kalium bahwa ion kalium adalah pengukuran potensiometri menggunakan elektroda selektif ion kalium dan elektroda referensi jenis *double junction*. Potensial diukur baik dengan pH meter yang memiliki skala mV yang mampu membaca 0,1 mV atau potensial dapat diukur secara spesifik menggunakan ion meter yang membaca skala konsentrasi secara langsung. Elektroda dikalibrasi dengan larutan kalium yang diketahui konsentrasinya dan konsentrasi kalium dalam sampel ditentukan larutan dengan dasar yang sama. ISA (*Ion Strength Adjustor*) ditambahkan sebagai pengatur kekuatan ion pada larutan standar dan sampel untuk mempertahankan kekuatan ionik dari larutan.

2.4 Soil Extractant

Analisa tanah membutuhkan ekstraktan untuk menentukan jumlah unsur hara dalam tanah. Ekstraktan tanah merupakan larutan yang terbuat dari air dan bahan kimia dengan konsentrasi tertentu. Ekstraktan tersebut akan ditambahkan ke dalam tanah dan keduanya dicampur bersama-sama dalam waktu yang ditentukan. Campuran ini kemudian dituangkan melalui kertas saring. Tanah dipertahankan pada kertas saring, dan ekstraktan sekarang mengandung unsur hara yang terlarut. Unsur hara dalam ekstraktan tersebut dianalisis menggunakan peralatan laboratorium yang tepat untuk melihat berapa banyak unsur hara yang hilang dari tanah. Jumlah unsur hara yang diekstrak akan mewakili sebagian kecil dari nutrisi total yang tersedia

(Mitchell, 2000). Menurut Tan (1991) menyatakan bahwa pemilihan ekstraktan (bahan pengekstraksi) yang baik didasarkan pada dua pertimbangan yaitu : (1) pereaksi yang digunakan tidak merubah sifat fisika dan kimia bahan yang diekstrak, (2) pereaksi harus dapat memisahkan senyawa dari tanah secara kuantitatif.

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Instrument Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Pelaksanaan penelitian berlangsung mulai bulan Agustus 2012 sampai dengan Desember 2012

3.2 Alat dan Bahan

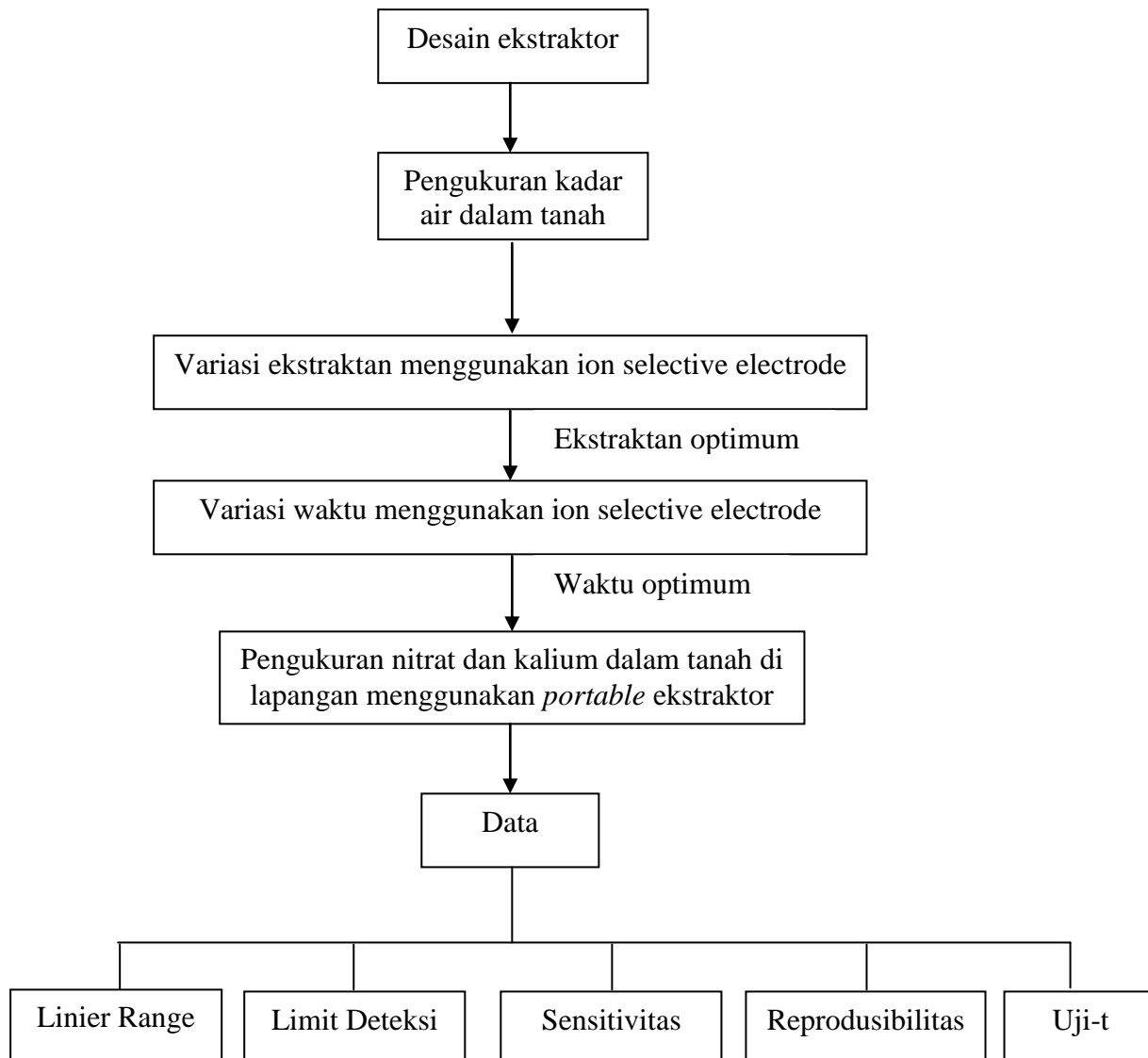
3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, beaker glass, pipet tetes, labu ukur, pipet volume, pipet mohr, ball pipet, pengaduk, botol semprot, oven, kertas saring, set alatpotensiometri dengan elektroda ELIT NO₃⁻ (8021) dan elektroda ELIT K⁺ (8031) dan set alat ekstraktor.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tanah, aquades, kalium klorida (E-Merck), amonium sulfat (E-Merck), calsium klorida (E-Merck), amonium asetat (E-Merck), larutan HNO₃65% (E-Merck, ρ :1,39 g/ml), larutanCH₃COOH 100% (E-Merck, ρ : 1,05 g/ml), larutan amonia 25% (E-merck, ρ : 0,903 g/ml), natrium klorida (E-Merck), natrium nitrat (E-Merck), aquademin.

3.3 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan larutan

3.4.1.1 Ekstraktan

a. Larutan KCl 2 M

Larutan KCl 2 M (E-Merck) dibuat dengan melarutkan 14,9 gram KCl dalam labu ukur 100 ml, kemudian ditambah dengan aquademin sampai tanda batas.

b. Larutan CaCl₂ 0,01 M

Larutan CaCl₂ 0,01 M (E-Merck) dibuat dengan melarutkan 0,147 gram CaCl₂ dalam labu ukur 100 ml, kemudian ditambah dengan aquademin sampai tanda batas.

c. Larutan (NH₄)₂SO₄ 0,04 M

Larutan (NH₄)₂SO₄ 0,04 M (E-Merck) dibuat dengan melarutkan 0,528 gram (NH₄)₂SO₄ dalam labu ukur 100 ml, kemudian ditambah dengan aquademin sampai tanda batas.

d. Larutan (NH₄)OAc 1 M

Larutan (NH₄)OAc 1 M (E-Merck) dibuat dengan melarutkan 77,1 gram (NH₄)OAc ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambah dengan aquademin sampai tanda batas. Bila pH < 7, diatur dengan menambahkan NH₃ 3 M dan bila pH > 7, diatur dengan menambahkan CH₃COOH 3 M

e. Larutan ISA (NaCl 2,5 M)

Pembuatan larutan ISA (NaCl 2,5 M) dilakukan dengan menimbang 14,625 g NaCl, yang dimasukkan kedalam labuukur 100 ml. Kemudian ditambah dengan aquademin hingga tanda batas.

f. Larutan ISA (NH₄)₂SO₄ 2 M

Pembuatan larutan ISA (NH₄)₂SO₄ 2 M dilakukan dengan menimbang 26,4 g (NH₄)₂SO₄ yang dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml, kemudian ditambahkan dengan aquademin hingga tanda batas.

3.4.1.2 Larutan standart nitrat dan kalium

a. Larutan standart nitrat

Larutan standart nitrat dibuat dari larutan stok natrium nitrat 1000ppm dengan melarutkan 1,371 gram NaNO_3 ke dalam labu ukur 1000mL kemudian ditambahkan aquademin hingga tanda batas. Larutan stok diencerkan hingga menjadi larutan standart nitrat 0,01 ; 0,1 ; 1 ; 10 ; 20 ; 30 ; 40 ; 50 dan 60 ppm.

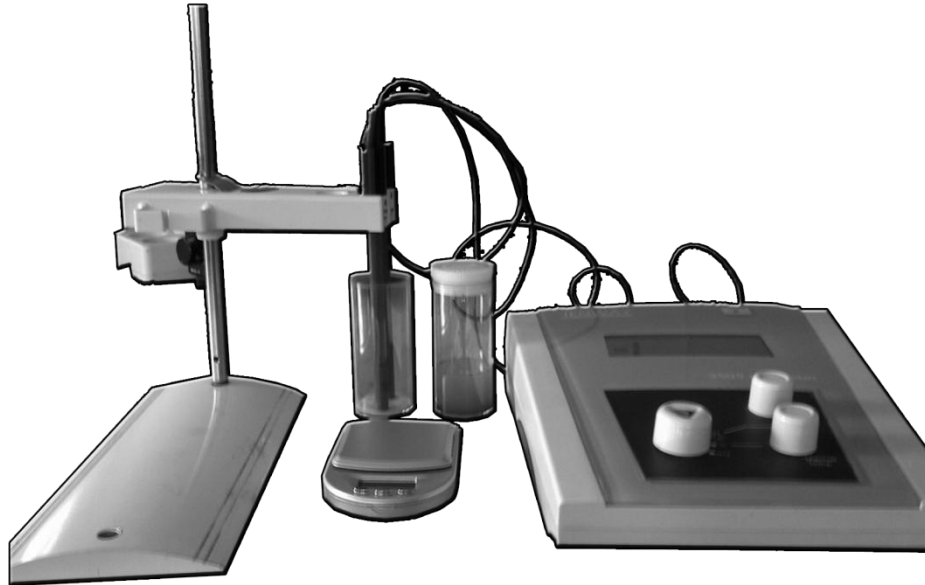
b. Larutan standart kalium

Larutan standart kalium dibuat dari larutan stok kalium klorida 1000ppm dengan melarutkan 1,910 gram KCl ke dalam labu ukur 1000mL kemudian ditambahkan aquademin hingga tanda batas. Larutan stok diencerkan hingga menjadi larutan standart kalium 0,01 ; 0,1 ; 1 ; 5 ; 10 ; 20 ; 30 ; 40 dan 50 ppm

3.4.2 Pengambilan Sampel

Sampel tanah yang akan dianalisis diambil di Agrotechnopark Fakultas Pertanian Universitas Jember. Sampel diambil menggunakan cetok pada kedalaman 10-20 cm dan sampel tanah ditempatkan pada wadah yang bebas kontaminan yang terlindungi dari sinar matahari.

3.4.3 Desain Ekstraktor Untuk Analisa Nitrat dan Kalium



Gambar 3.2 Desain Instrumen Ekstraktor Analisis Nitrat dan Kalium

3.4.4 Penetapan Kadar Air

Penetapan kadar air digunakan untuk mengetahui kadar air dalam pori tanah. Sampel tanah diambil dan dimasukkan dalam cawan (b). Sebelum dimasukkan tanah, cawan ditimbang terlebih dahulu (a). Cawan yang telah berisi tanah dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 100-105°C selama 4jam. Cawan dikeluarkan dari oven dan dimasukkan ke dalam desikator selama 15 menit, kemudian ditimbang (c).

Berat air = kehilangan air selama di dalam oven = (b-c)

Berat tanah kering oven = (c-a)

$$\% \text{ kadar lengas} = \frac{\text{Berat air}}{\text{Tanah kering (105)}^\circ\text{C}} \times 100\%$$

3.4.5 Pengukuran analit menggunakan metode potensiometri (*Ion Selective Electrode*)

3.4.5.1 Penentuan Kondisi Optimum Ekstraktan

a. Nitrat

Ekstraktan yang digunakan yaitu KCl 2 M, CaCl₂ 0,01 M, dan (NH₄)₂SO₄ 0,04 M (Griffin *et al.*, 1995). Elektroda selektif ion direkomendasikan dengan perbandingan tanah dan ekstraktan 1:2,5 (Griffin *et al.*, 1995). Sehingga tanah ditimbang sebesar 40,00 gram dan ditambahkan 100 mL ekstraktan. Tanah dan ekstraktan di aduk didalam beaker glass menggunakan stirrer magnetik selama 45 menit. Padatan dan cairan dipisahkan dengan menggunakan kertas saring sehingga akan didapatkan filtrat. Filtrat diambil sebanyak 50 mL kemudian ditambahkan dengan ISA (*Ion Strength Adjustor*) yaitu 2M (NH₄)₂SO₄ sebanyak 1 mL dan di ukur menggunakan *Ion Selective Electrode*. Masing-masing dilakukan dengan 3 kali pengulangan. Respon yang dihasilkan akan dibaca pada voltmeter yang berupa beda potensial.

b. Kalium

Ekstraktan yang digunakan yaitu CaCl₂ 0,01 M, (NH₄)OAc 1 M pH 7, dan HNO₃ 1N (Mehdi *et al.*, 2002). Menurut Salomon (2008) perbandingan rasio antara tanah dengan ekstraktan yang baik untuk mendapatkan ekstrak yang hasilnya bagus sebesar 1:10. Sehingga tanah ditimbang sebesar 10,00 gram dan ditambahkan 100 mL ekstraktan. Tanah dan ekstraktan di aduk didalam beaker glass menggunakan stirrer magnetik selama 45 menit. Padatan dan cairan dipisahkan dengan menggunakan kertas saring sehingga akan didapatkan filtrat. Filtrat diambil sebanyak 50 ml kemudian ditambahkan dengan ISA (*Ion Strength Adjustor*) yaitu 2,5M NaCl sebanyak 1 mL dan diukur dengan *Ion Selective Electrode*. Masing-masing dilakukan dengan 3 kali pengulangan. Respon yang dihasilkan akan dibaca pada voltmeter yang berupa beda potensial.

3.4.5.2 Penentuan Waktu Optimum

Ekstraktan maksimum pada nitrat dan kalium digunakan sebagai ekstraktan untuk penentuan waktu optimum. Variasi waktu ekstraksi yang digunakan yaitu 5, 15, 25, 35 dan 45menit. Variasi waktu ini digunakan untuk menentukan waktu optimum ekstraksi. Masing-masing waktu dilakukan dengan 3 kali pengulangan. Waktu optimum menunjukkan nilai beda potensial yang optimum.

3.4.6 Pengukuran analit menggunakan *portable* ekstraktor dengan metode potensiometri

a. Nitrat

Tanah sebanyak 40,00 gram dan ekstraktan yang didapatkan dari hasil optimum sebanyak 100 mL dimasukkan ke dalam ekstraktor. Wadah dikocok selama 5 menit. Setelah dikocok, campuran tersebut didekantasi agar tanah dan ekstraktan terpisah. Cairan bagian atas di pipet beberapa 2,5mL kemudian diletakkan kedalam wadah kedua dan ditambahkan ISA (*Ion Strength Adjustor*) yaitu 2M $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ sebanyak 50 μL . Filtrat diserapkan pada penyerap (kanebo). Kemudian elektroda ditempelkan pada penyerap (kanebo). Masing-masing dilakukan dengan 3 kali pengulangan. Respon yang dihasilkan akan dibaca pada voltmeter yang berupa beda potensial.

b. Kalium

Tanah sebanyak 10,00 gram dan ekstraktan sebanyak 100 mL dimasukkan ke dalam wadah ekstraktor. Wadah dikocok selama 5 menit. Setelah dikocok, campuran tersebut didekantasi agar tanah dan ekstraktan terpisah. Cairan bagian atas di pipet beberapa 2,5 mLkemudian diletakkan kedalam wadah kedua dan ditambahkan ISA (*Ion Strength Adjustor*) yaitu 2,5M NaCl sebanyak 50 μL . Cairan diserapkan pada penyerap (kanebo) pada wadah kedua kemudian elektroda ditempelkan pada penyerap (kanebo). Masing-masing dilakukan dengan 3 kali pengulangan. Respon yang dihasilkan akan dibaca pada voltmeter yang berupa beda potensial.

3.4.7 Pengukuran Analit Menggunakan Metode Spektrofotometer UV-Vis

a. Larutan Standart Spektrofotometer Uv-Vis

(SNI 01-3554-2006) Larutan baku nitrat dibuat dari penimbangan 1,63 gram KNO_3 (E-Merck) kemudian di oven pada suhu 105°C selama 4 jam dan dilarutkan pada labu ukur 1000 ml menggunakan aquademin. Larutan baku tersebut diencerkan dengan variasi konsentrasi 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1 ppm ke dalam labu ukur 50 ml. Kemudian dimasukkan dalam beaker glass 50 ml dan ditambahkan 1ml HCl 1N ke dalam masing-masing variasi. Dilakukan pengukuran absorban pada panjang gelombang 220 dan 275 nm.

b. Pengukuran Analit

Sampel (tanah) 40 gram diekstraksi menggunakan 100 mL ekstrak optimum dan waktu optimum. Kemudian disaring dan di ambil sebanyak 50 mL. Ekstrak dimasukkan dalam beaker glass dan ditambahkan 1ml HCl 1N. Dilakukan pengukuran absorban pada panjang gelombang 220 – 275 nm.

3.4.8 Pengukuran Analit Menggunakan Metode *Flame Fotometer*

a. Larutan Standart

Pengukuran K menggunakan flame photometer dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standart K 1000 ppm menjadi 0, 5, 10, 15, 20, dan 25 ppm.

b. Pengukuran analit

Sampel tanah (10 gram) diekstraksi menggunakan 100 mL ekstrak optimum dan waktu optimum. Kemudian disaring dan di ambil sebanyak 50 mL. Ekstrak dimasukkan dalam beaker glass kemudian di ukur dengan flame photometer.

3.4.9. Karakteristik Pengukuran Metode Potensiometri

a. Linier Range

Linier range dapat digambarkan dari kurva kalibrasi dengan memplotkan antara sumbu x dan sumbu y, dimana sumbu x adalah konsentrasi nitrat dan kalium sedangkan sumbu y adalah potensial yang dihasilkan. Konsentrasi nitrat yang digunakan yaitu 0,01 ppm, 0,1 ppm, 1 ppm, 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, 50 ppm, dan 60 ppm. Sedangkan konsentrasi kalium yang digunakan yaitu 0,01 ppm, 0,1 ppm, 1 ppm, 5 ppm, 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm.

Respon yang linier ditunjukkan melalui persamaan garis sebagai berikut :

$$y = bx + a$$

dimana b adalah kemiringan kurva kalibrasi (slope) dan a adalah perpotongan terhadap sumbu y (Caulcut, 1995).

b. Limit Deteksi

Limit deteksi adalah kuantitas (konsentrasi) terkecil dari suatu analit yang masih dapat ditentukan atau dideteksi. Semakin kecil konsentrasi yang bisa dideteksi, semakin baik karakteristik sensor tersebut. Limit deteksi atau batas identifikasi adalah kuantitas (konsentrasi) terkecil dari suatu analit yang masih dapat ditentukan atau dideteksi. Batas deteksi biasanya dinyatakan dalam mikrogram (μg) atau gamma (Svehla, 1985). Limit deteksi dapat dirumuskan sebagai berikut :

$$Y_{\text{LOD}} = Y_{\text{B}} + 3 S_{\text{B}}$$

Dimana :

Y_{LOD} = limit deteksi

Y_{B} = rata-rata sinyal blanko

S_{B} = standart deviasi blanko (Miller dan Miller, 1991).

c. Sensitifitas

Sensitifitas dinyatakan sebagai slope dari kurva yang diperoleh dengan range tertentu (Miller dan Miller, 1991). Menurut IUPAC, sensitifitas yang dinyatakan dengan slope merupakan sensitifitas kurva. Kateman (1993) menyatakan sensitifitas

sebagai rasio perubahan konsentrasi analit. Nilai sensitifitas yang besar berarti bahwa perubahan konsentrasi yang kecil dari analit dapat memberikan respon yang berarti.

d. Reprodusibilitas

Reprodusibilitas merupakan suatu kemampuan elektroda dalam memberikan output yang sama ketika diberikan input yang tetap setelah sistem di *reset* ulang. Pengulangan percobaan yang dilakukan pada reprodusibilitas diharapkan akan dihasilkan limit antar percobaan yang sekecil mungkin, dengan nilai setiap pendekatan untuk satu kali pengulangan atau lebih yang berbeda adalah 95% (Caulcutt, 1995). Hasil pengulangan dapat dinyatakan sebagai koefisien variasi dari simpangan baku.

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

dimana : SD = standart deviasi, x = signal rata-rata sampel dan Kv = koefisien variasi (Miller dan Miller, 1991).

Standart deviasi (SD) yaitu suatu perhitungan tentang perkiraan seberapa jauh kesalahan yang mungkin terjadi dari suatu pengukuran (Christian, 1944). Simpangan baku atau standart deviasi semakin besar yang dimiliki sekumpulan data hasil pengukuran, berarti data tersebut semakin tidak seragam. Standart deviasi sama dengan nol, artinya data tersebut benar-benar seragam (semua data yang memiliki nilai sama).

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

Dimana : x = potensial yang dihasilkan, \bar{x} = potensial rata-rata, dan n = jumlah pengulangan

3.5 Analisis Data

3.5.1 Anova satu arah

Analisa variansi (ANOVA) adalah suatu metoda untuk menguji hipotesis kesamaan rata-rata dari tiga atau lebih populasi. Hal ini dimaksudkan untuk menguji apakah keragaman hasil disebabkan oleh perbedaan lamanya waktu aerasi atau tidak. Hasil analisa didasar pada perbedaan antara F_{hitung} dengan F_{tabel} . Rumus umum untuk menentukan analisa anova satu arah adalah sebagai berikut

$$JKT = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^n x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{i.}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKG = JKT - JKK$$

- Dimana JKT = Jumlah Kuadrat Total
 JKK = Jumlah Kuadrat Nilai Tengah Kolom
 JKG = Jumlah Kuadrat Galat
 $T_{i.}$ total = semua pengamat dari populasi ke- i
 $T_{..}$ = total semua pengamat dari semua populasi
 n = Banyaknya pengulangan

Tabel 3.1 Analisa Anova satu arah

Sumber Variasi	Derajat bebas	Jumlah Kuadrat	Kuadrat Rata-rata	Statistik F (F_{hitung})	F_{tabel}
Perlakuan	$k-1$	JKK	$KRP = \frac{JKK}{(k-1)}$	$\frac{KRP}{KRG}$	$F_{0,05}\{(k-1), (k(n-1))\}$

Galat	$k(n-1)$	JKG	$KRG=$		
Total	$nk-1$	JKT	$\frac{JKG}{k(n-1)}$		

(Walpole, 1992).

3.5.2 Uji-t

Analisis data untuk menguji hasil dari metode analitik dengan membandingkan dua metode dapat menggunakan uji statistik salah satunya yaitu uji-t. Uji-t dapat diperoleh dengan menghitung nilai x untuk respon metode pertama dan nilai y untuk respon metode kedua. Nilai t-eksperimen diperoleh melalui persamaan berikut :

$$S^2 = \frac{\{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2\}}{(n_1 + n_2 - 2)}$$

$$t_{\text{eks}} = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{S \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

dimana \bar{x}_1 = mean data metode pertama

\bar{x}_2 = mean data metode kedua

S_1 = standar deviasi rata-rata metode pertama,

S_2 = standar deviasi rata-rata metode kedua

S = standar deviasi total

n_1 = jumlah pengulangan percobaan metode pertama

n_2 = jumlah pengulangan percobaan metode kedua

(Miller dan Miller, 1991).

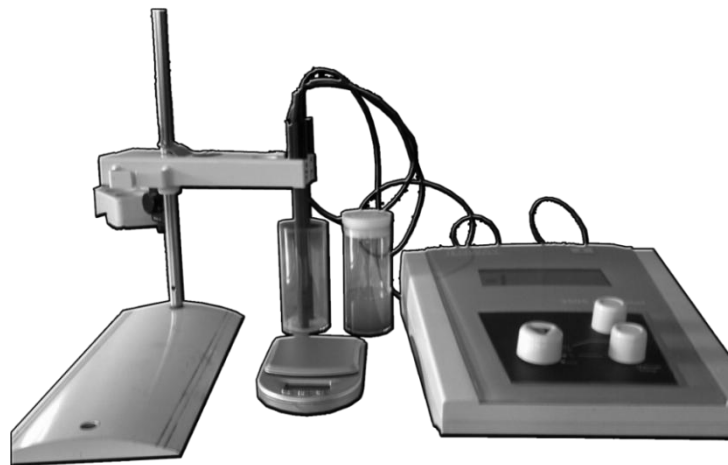
Jika nilai t-eksperimen lebih kecil dibandingkan dengan nilai t-tabel, maka secara statistik kedua metode tersebut tidak mempunyai perbedaan signifikan pada selang kepercayaan 95 % ($\alpha = 0,05$) (Sudjana, 1996).

BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini menggunakan sampel tanah dari tiga lokasi yaitu tanah perumahan kalimantan (tanah A), tanah belakang jurusan kimia (tanah B), dan tanah agrotechnopark pertanian(tanah C). Sampel tanah di ambil sebanyak 40 gram untuk nitrat dan 10 gram untuk kalium.

4.1 Desain Instrumen *Portable* Ekstraktor Menggunakan Metode Potensiometri

Analisis nitrat dan kalium dengan menggunakan metode potensiometri merupakan suatu teknik yang banyak digunakan untuk menentukan kandungan ion-ion tertentu di dalam suatu larutan, namun belum banyak diterapkan untuk analisis tanah. Metode potensiometri merupakan suatu cara analisa yang didasarkan pada pengukuran potensial sel suatu elektroda kerja. Elektroda yang digunakan adalah elektroda selektif ion nitrat (ELIT 8021), elektroda selektif ion kalium (ELIT 8031) dan elektroda litium asetat (ELIT) sebagai elektroda pembanding. Desain ekstraktor dirangkai seperti gambar 4.1 :



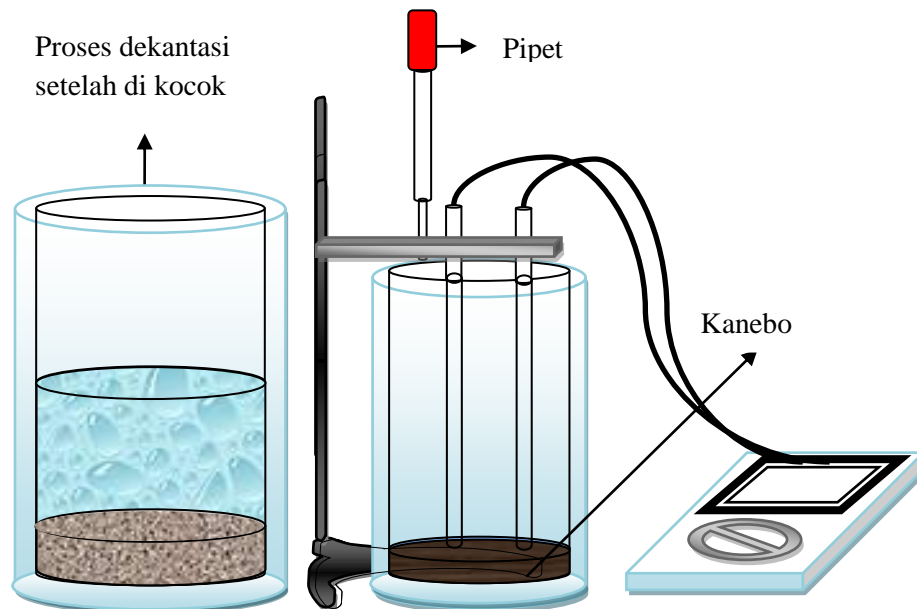
Gambar 4.1 Desain *portable* ekstraktor (*home made*) di lapangan

Strategi yang digunakan dalam penelitian ini adalah penyederhanaan dari proses ekstraksi yang biasanya dilakukan dengan menggunakan magnet stirer di filtrasi menggunakan kertas saring di laboratorium, tetapi dalam hal ini dibuat penyederhanaan alat ukur lapangan dengan pengadukan biasa dan melalui proses dekantasi sehingga lebih mudah dilakukan di lapangan. Penelitian ini menggunakan beberapa komponen yaitu wadah berbentuk tabung, media penyerap (kanebo), detektor (ISE), timbangan, dan digital voltmeter. Wadah pertama berfungsi sebagai tempat sampel diletakkan dan dilakukan pengocokan selama waktu yang telah ditentukan kemudian didekantasi. Wadah kedua berfungsi sebagai tempat filtrat hasil dari dekantasi dimana terdapat kanebo untuk menyerap filtrat tersebut yang dihubungkan dengan elektroda. Timbangan digital berfungsi untuk menimbang sampel pada saat pengukuran di lapangan. Signal pengukuran akan dibaca oleh digital voltmeter. Signal yang didapatkan merupakan perubahan potensial yang terjadi karena adanya beda potensial antara elektroda selektif ion nitrat (ELIT 8021) dan elektroda selektif ion kalium (ELIT 8031) dengan elektroda LiAc sebagai elektroda pembanding.

4.2 Ekstraksi Analit

Portable ekstraktor mempunyai prinsip yaitu terjadi ekstraksi dimana sampel di homogenkan pada wadah melalui pengocokan. Pengocokan yang dikembangkan dalam konteks ini adalah sampel yang berupa tanah ditambahkan dengan ekstrak kemudian dikocok selama waktu tertentu (5 menit). Kemudian sampel di dekantasi untuk memisahkan partikel padat dan cair. Dekantasi merupakan pemisahan komponen-komponen dalam campuran dimana padatan dibiarkan turun ke dasar wadah kemudian cairan di tuang. Prinsip dekantasi yaitu didasarkan pada berat jenis molekul. Namun, dalam konteks ini cairan tidak dituang tetapi di ambil menggunakan pipet yang selanjutnya cairan diserapkan pada penyerap(kanebo) yang sebelumnya ditambahkan dengan ISA (*Ion Strength Adjustor*) agar larutan sampel terionisasi. Suatu larutan dapat terionisasi dengan cepat dan ada juga yang terionisasi secara

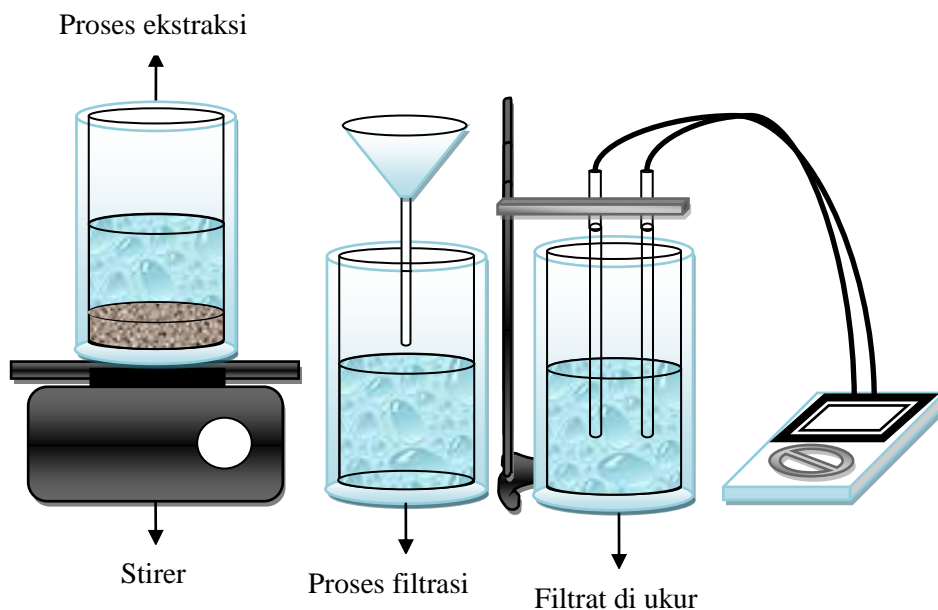
lambat sehingga fungsi ISA adalah menjaga posisi larutan sampel agar terionisasi. Di dalam kanebo terjadi proses penyerapan cairan yang selanjtnya di ukur menggunakan elektroda, seperti yang ditunjukkan gambar 4.2 :



Gambar 4.2 Model pemisahan menggunakan *portable* ekstraktor

Ekstraktor biasa mempunyai prinsip yang sama dengan *portable* ekstraktor yaitu terjadi ekstraksi yang merupakan penggunaan larutan reagent kimia untuk memisahkan semua atau bentuk-bentuk unsur hara tersedia bagi tanaman. Pemisahan ekstraktor biasa tidak menggunakan proses dekantasi, melainkan menggunakan proses filtrasi sehingga ekstraktor biasa tidak perlu menggunakan media penyerap (kanebo). Filtrasi merupakan proses pemisahan dari campuran heterogen yang mengandung partikel padat dan cair dengan menggunakan media filter (kertas saring) yang hanya meloloskan cairan sedangkan partikel padat akan tertahan. Kemudian filtrat ditambahkan dengan ISA (*Ion Strength Adjustor*). Proses pemisahan ini dapat ditunjukkan pada gambar 4.3

Potensial terjadi akibat adanya perbedaan antara sistem inner solution dan sistem outer solution pada permukaan membran. Pertukaran antara kation dan anion di permukaan membran yang menyebabkan perbedaan beda potensial yang dalam sistem inernya konstan. Perubahan beda potensial tersebut antara 2 elektroda yaitu elektroda kerja dan elektroda pembanding.



Gambar 4.3 Model pemisahan menggunakan ekstraktor biasa

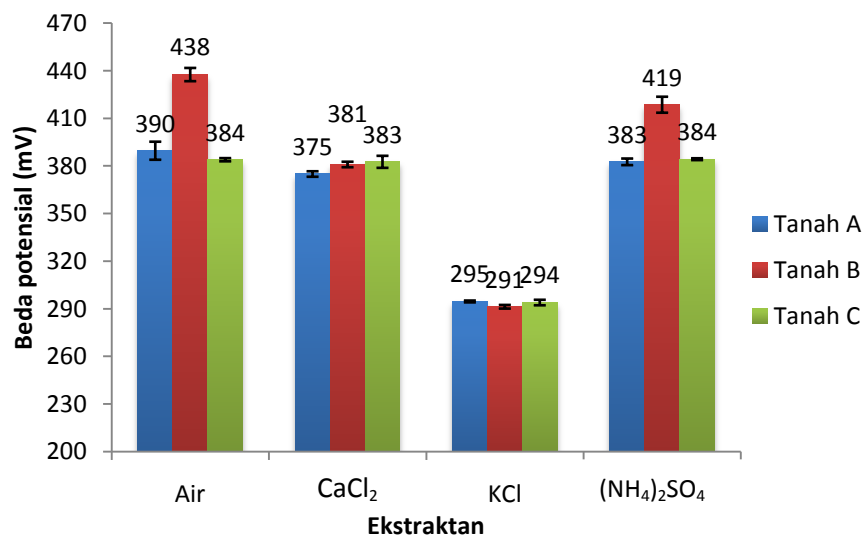
4.3. Kondisi Optimum Analisis Nitrat dan Kalium

Optimasi dilakukan dengan menggunakan beberapa parameter antara lain, optimasi ekstraktan dan optimasi waktu pengadukan.

4.3.1 Variasi Jenis Ekstraktan

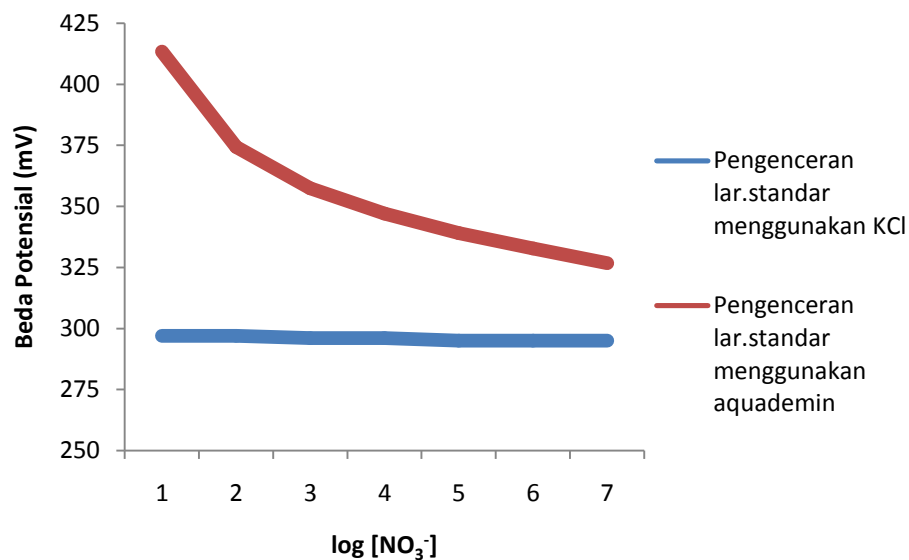
Penentuan ekstraktan optimum menggunakan metode potensiometri dengan membandingkan respon beda potensial dari ion nitrat menggunakan berbagai macam ekstraktan. Ekstraktan dikatakan optimum apabila nilai beda potensialnya optimum yang mengacu pada kurva kalibrasi semakin tinggi konsentrasi, nilai beda

potensialnya semakin tinggi. Akan tetapi, untuk nitrat semakin tinggi konsentrasi nilai beda potensialnya semakin menurun. Sehingga respon ekstraktan dikatakan optimum adalah ekstraktan yang mempunyai nilai beda potensial terkecil. Ekstraktan yang digunakan untuk analisis nitrat antara lain air, CaCl_2 0,01 M, KCl 2 M, dan $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 0,04 M. Respon elektroda pada tanah A, B, dan C terhadap pengukuran elektroda cenderung lebih kecil pada ekstraktan air. Hal ini bisa disebabkan karena nitrat lebih sulit mengion pada air sehingga respon beda potensial tidak optimal.



Gambar 4.4 Optimasi ekstraktan nitrat menggunakan ekstraktan Air, CaCl_2 0,01 M, KCl 2 M, dan $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 0,04 M

Respon pada ekstraktan KCl 2M tampak sebagai respon yang optimum. Namun demikian, optimum KCl pada nitrat tidak bisa dijadikan sebagai acuan karena keterbatasan alat untuk pengukuran nitrat terganggu dengan kehadiran Cl^- dari KCl seperti yang disampaikan oleh (Nico, 2000) sehingga KCl tidak bisa dikatakan sebagai ekstraktan optimum. Hal tersebut juga dibuktikan dengan pengenceran larutan standart menggunakan KCl 2 M pada gambar 4.5. Hasil menunjukkan bahwa dari konsentrasi terkecil sampai konsentrasi tertinggi beda potensial tidak mengalami perubahan, semakin tinggi konsentrasi nilai beda potensial tetap sehingga dapat dikatakan bahwa KCl memang pengganggu untuk elektroda nitrat.

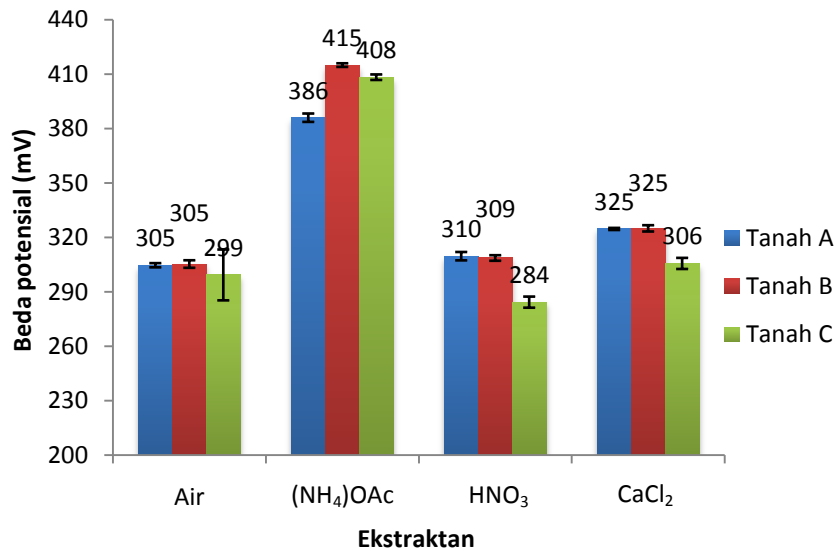


Gambar 4.5 Pembuktian ekstraktan KCl sebagai pengganggu

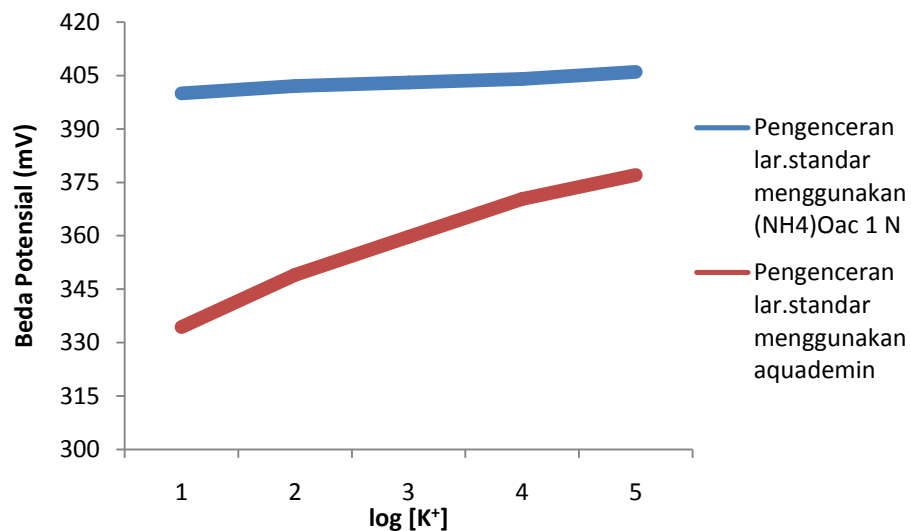
Ekstraktan CaCl_2 juga memberikan respon yang optimum. Hal ini bisa disebabkan karena nitrat dalam tanah tersebut lebih mudah mengion dalam suasana CaCl_2 sehingga mempunyai nilai beda potensial yang besar dan dapat ditunjukkan dengan beda potensialnya melebihi beda potensial ekstraktan yang lain. Berdasarkan data yang diperoleh, didapatkan performa dari macam-macam ekstraktan yaitu $\text{KCl} > \text{CaCl}_2 > (\text{NH}_4)\text{SO}_4 > \text{Air}$, sehingga dapat disimpulkan dari performa ekstraktan yang optimum untuk nitrat adalah CaCl_2 .

Ekstraktan yang digunakan pada kalium adalah air, CaCl_2 0,01 M, $(\text{NH}_4)\text{OAc}$ 1 N pH 7, HNO_3 1 N. Respon beda potensial pada gambar 4.6 untuk semua lokasi tanah rendah pada ekstraktan air. Respon optimum tampak pada ekstraktan $(\text{NH}_4)\text{OAc}$ 1 N pH 7. Tetapi, $(\text{NH}_4)\text{OAc}$ 1 N pH 7 tidak bisa dijadikan acuan sebagai ekstraktan optimum karena keterbatasan alat untuk pengukuran kalium terganggu dengan kehadiran ion NH_4^+ dari $(\text{NH}_4)\text{OAc}$ seperti yang disampaikan oleh (Nico, 2000). Hal tersebut juga dibuktikan dengan pengenceran larutan standart menggunakan $(\text{NH}_4)\text{OAc}$ pada gambar 4.7. Hasil menunjukkan bahwa dari konsentrasi terkecil sampai konsentrasi tertinggi beda potensial tidak mengalami

perubahan, semakin tinggi konsentrasi nilai beda potensial tetap sehingga dapat dikatakan bahwa $(\text{NH}_4)\text{OAc}$ memang mengganggu untuk elektroda kalium.



Gambar 4.6 Optimasi ekstraktan kalium menggunakan ekstraktan Air, $(\text{NH}_4)\text{OAc}$ 1N pH 7, CaCl_2 0,01M, dan HNO_3 1N



Gambar 4.7 Pembuktian ekstraktan $(\text{NH}_4)\text{OAc}$ sebagai pengganggu elektroda kalium

Respon elektroda juga optimum pada CaCl_2 dari pada ekstraktan yang lain dapat ditunjukkan berdasarkan hasil beda potensial yang lebih tinggi daripada yang

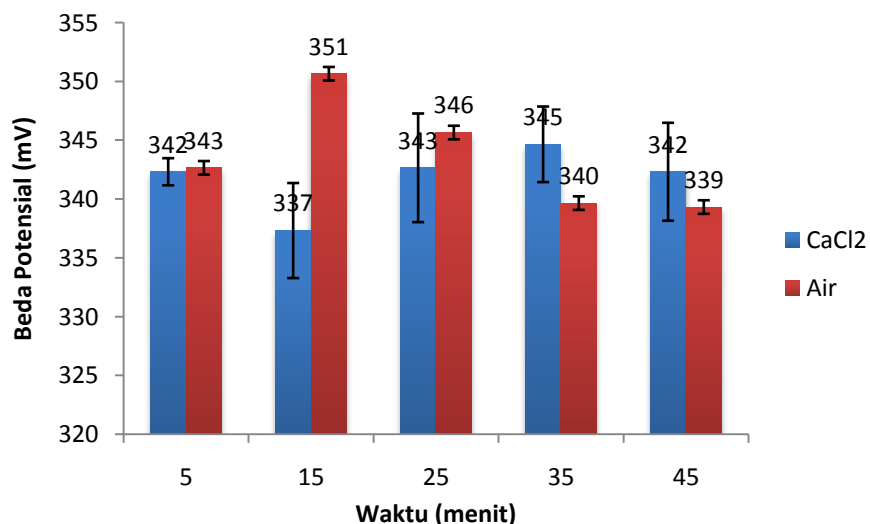
lain. Hal ini bisa disebabkan karena kalium dalam tanah lebih mudah mengion dalam suasana CaCl_2 sehingga menghasilkan respon beda potensial yang tinggi. Urutan performa ekstrakran yaitu air $(\text{NH}_4)\text{OAc}$ 1 N pH 7 > CaCl_2 0,01 M > HNO_3 1 N > air, dapat disimpulkan dari performa ekstrakran yang optimum untuk kalium adalah CaCl_2 . Berdasarkan data yang diperoleh, didapatkan ekstrakran optimum yang sama untuk nitrat dan kalium yaitu CaCl_2 .

4.3.2 Variasi waktu pengadukan

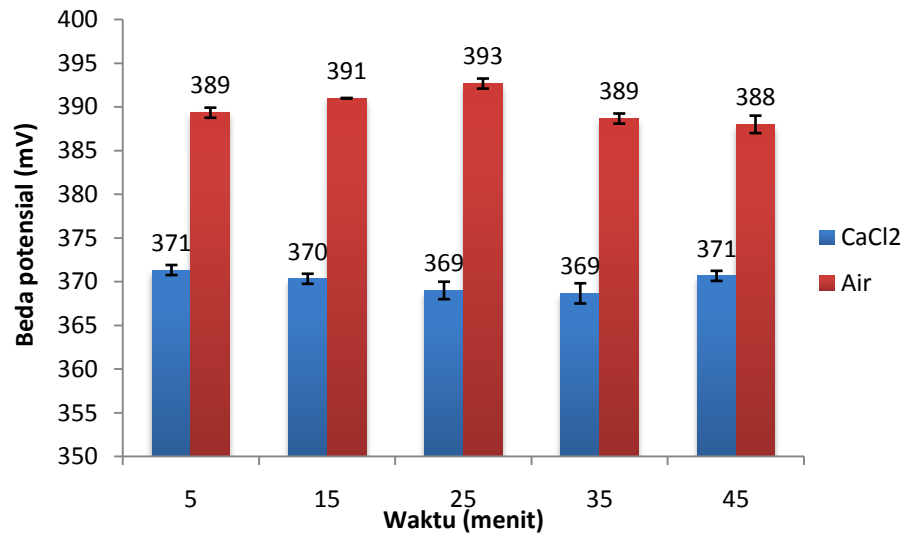
Berdasarkan pertimbangan, air juga digunakan sebagai ekstrakran pada saat optimasi waktu pengadukan. Ekstrakran tersebut mempunyai kelebihan dan kekurangan masing-masing. Air lebih mudah diperoleh daripada CaCl_2 , akan tetapi proses filtrasi dari air memerlukan waktu yang lama sehingga tidak efisien. Sedangkan CaCl_2 proses filtrasi memerlukan waktu yang cepat, akan tetapi bahan ini tergolong susah diperoleh daripada air.

a. Nitrat

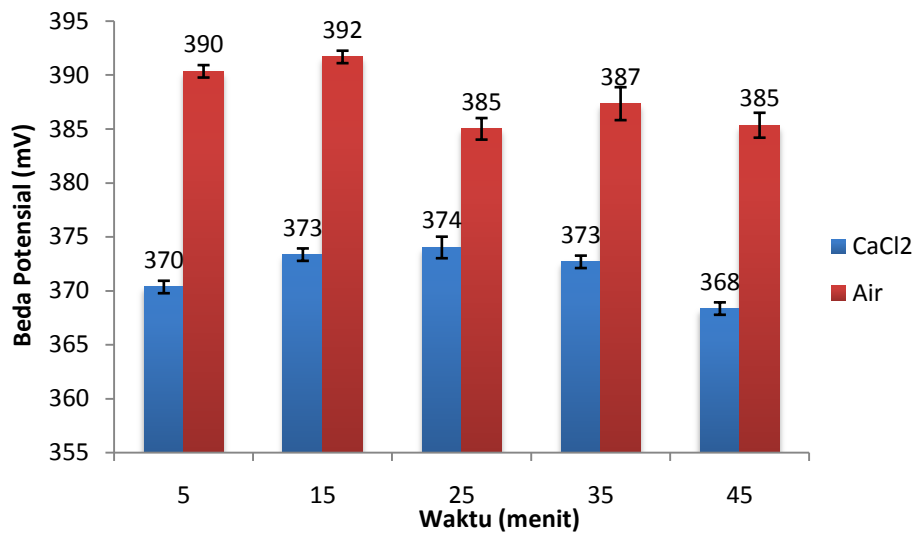
Optimasi waktu pengadukan nitrat diukur menggunakan ekstrakran CaCl_2 dan air. Waktu pengadukan yang digunakan yaitu 5, 15, 25, 35, dan 45 menit.



Gambar 4.8 Optimasi waktu pengadukan tanah A dengan variasi waktu 5, 15, 25, 35, dan 45 menit.



Gambar 4.9 Optimasi waktu pengadukan tanah B dengan variasi waktu 5, 15, 25, 35, dan 45 menit.



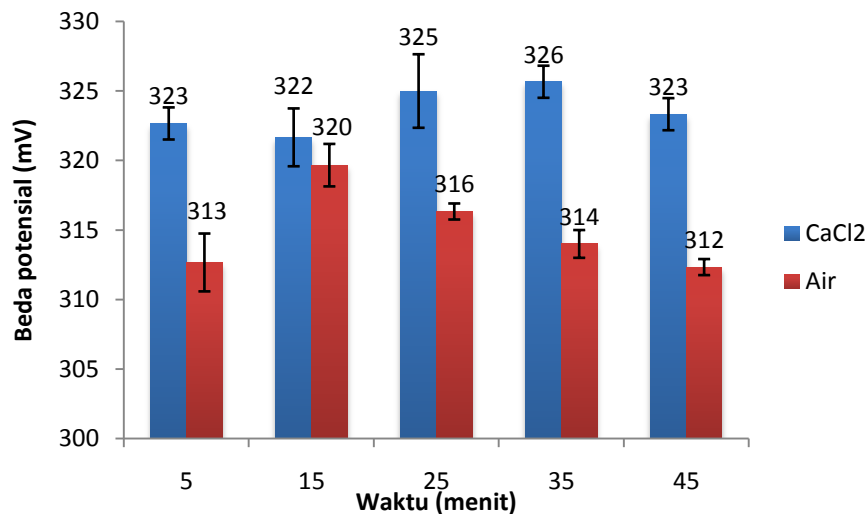
Gambar 4.10 Optimasi waktu pengadukan tanah C dengan variasi waktu 5, 15, 25, 35, dan 45 menit.

Respon elektroda terhadap pengukuran ini menghasilkan waktu yang tidak berbeda secara nyata yang ditunjukkan dengan gambar 4.8, 4.9 dan 4.10 besarnya

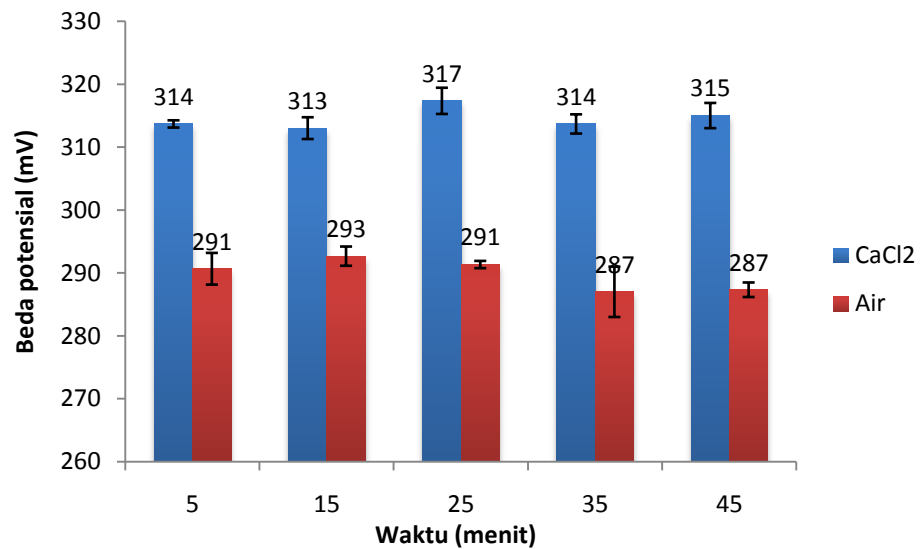
beda potensial pada ekstraktan CaCl_2 tidak berbeda secara signifikan, begitu juga dengan ekstraktan air. Hal ini dimungkinkan karena dalam waktu yang paling kecil nitrat dalam tanah sudah dapat mengion. Berdasarkan 3 macam lokasi tanah yang di uji memiliki kecenderungan yang sama yaitu proses pengadukan tidak berpengaruh terhadap respon beda potensial sehingga dapat disimpulkan bahwa waktu 5 menit adalah waktu optimum. Pertimbangan lain pemilihan waktu 5 menit adalah waktu efisiensi ekstraksi, sehingga tidak perlu menggunakan waktu yang terlalu lama untuk ekstraksi nitrat apabila berdasarkan nilai beda potensial menunjukkan tidak ada perbedaan secara nyata.

b. Kalium

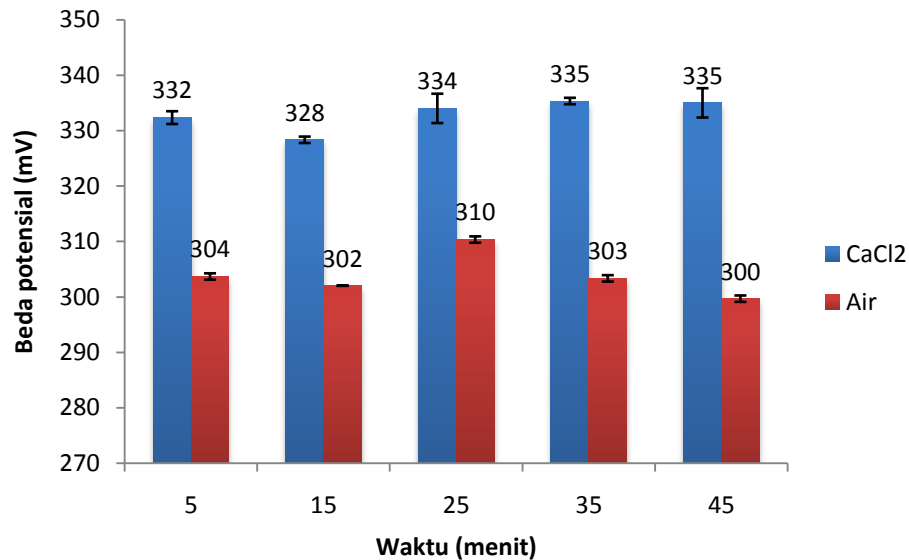
Variasi waktu pengadukan yang digunakan untuk kalium adalah 5, 15, 25, 35, dan 45 menit. Respon elektroda terhadap variasi pengadukan kalium masing-masing lokasi tanah ditunjukkan gambar 4.11, 4.12, dan 4.13



Gambar 4.11 Optimasi waktu pengadukan tanah A dengan variasi waktu 5, 15, 25, 35, dan 45 menit.



Gambar 4.12 Optimasi waktu pengadukan tanah B dengan variasi waktu 5, 15, 25, 35, dan 45 menit.



Gambar 4.13 Optimasi waktu pengadukan tanah C dengan variasi waktu 5, 15, 25, 35, dan 45 menit.

Respon elektroda terhadap pengukuran variasi waktu menghasilkan nilai beda potensial yang tidak berbeda secara nyata dimana selisih nilai beda potensial dari masing-masing waktu kecil. Hal tersebut juga ditunjukkan dengan standart deviasi yang berhimpit dari masing-masing waktu sehingga dapat dikatakan bahwa waktu

tersebut tidak berbeda secara nyata. Kecenderungan nilai beda potensial yang tidak berbeda nyata tersebut dimungkinkan karena dalam waktu yang paling kecil kalium dalam tanah sudah dapat mengion. Berdasarkan 3 macam lokasi tanah yang di uji memiliki tren yang sama halnya dengan nitrat yaitu proses pengadukan tidak berpengaruh terhadap respon beda potensial. Besarnya nilai beda potensial tersebut bisa dikatakan waktu 5 menit adalah waktu optimum. Pertimbangan lain pemilihan waktu 5 menit adalah waktu efisiensi ekstraksi, sehingga tidak perlu menggunakan waktu yang terlalu lama untuk ekstraksi kalium apabila berdasarkan nilai beda potensial menunjukkan tidak ada perbedaan secara nyata.

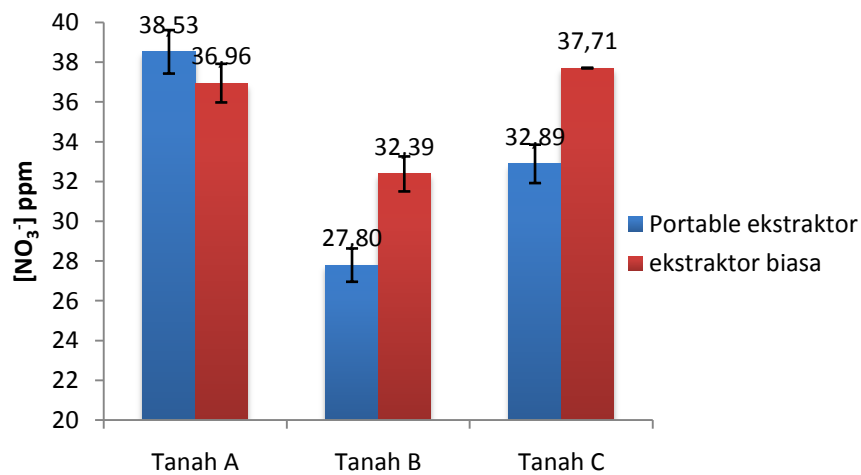
4.4 Pengukuran Kadar Lengas Tanah

Kadar lengas merupakan kandungan air yang terdapat di dalam pori-pori tanah. Dalam pengukuran yang menggunakan sampel tanah, baik analisis fisika maupun kimia tanah didasarkan pada berat kering oven atau berdasarkan kadar lengas tanah. Kadar lengas digunakan untuk mengetahui kadar air yang hilang pada tanah tersebut sehingga yang terukur adalah tanah dalam keadaan kering yang didapatkan dari konversi tanah yang masih mengandung uap air menjadi perhitungan kadar unsur hara yang kering. Ketentuan yang digunakan untuk tanah kering oven adalah massa sampel tanah dikeringkan pada suhu 100-105°C selama 4 jam yang bertujuan untuk menghilangkan kadar air dalam tanah sehingga tidak ada lagi air yang menguap. Cara penentuan demikian ini disebut dengan metoda gravimetri. Faktor koreksi kadar air dihitung dari kadar air yang diperoleh.

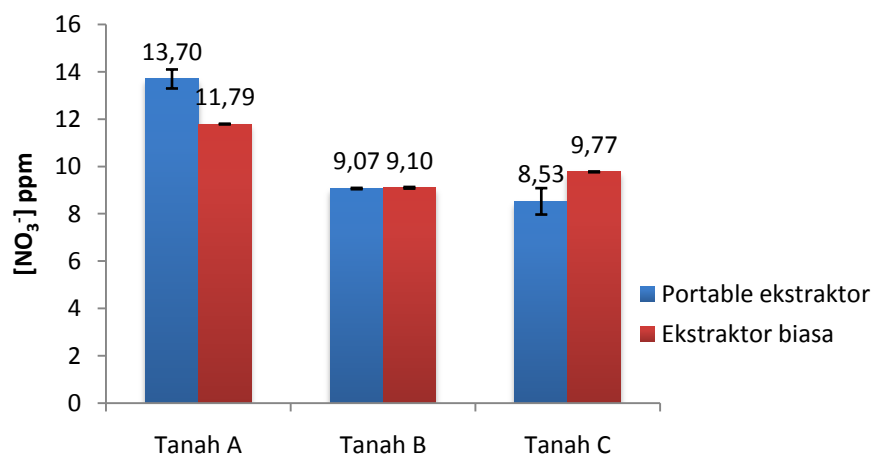
Perhitungan kadar lengas dari hasil penelitian menghasilkan kadar lengas yang berbeda-beda pada setiap lokasi tanah. Perbedaan tersebut bisa disebabkan karena kondisi setiap tanah berbeda-beda sehingga kandungan uap air pada tanah tersebut berbeda. Dari perhitungan kadar lengas dan faktor koreksi, dapat dihitung konsentrasi dari nitrat dan kalium dalam keadaan tanah kering yang terdapat pada lampiran G.

4.5 Hasil Uji Lapangan Instrumen yang Dirancang

Analisis nitrat dan kalium menggunakan *portable* ekstraktor merupakan analisis yang pengukurannya dapat diterapkan langsung pada aplikasi lapangan. Pada dasarnya, pengukuran ini hampir sama dengan metode standart pada larutan dengan volume yang lebih banyak, akan tetapi pada ekstraktor hanya dibutuhkan volume sampel yang sangat sedikit untuk analisis dari pada metode standart yang telah dilakukan di laboratorium.



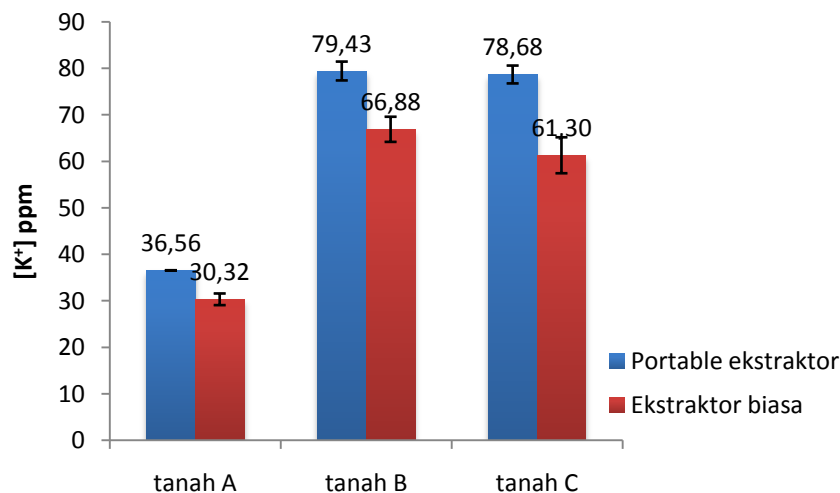
Gambar 4.14 Perbandingan konsentrasi nitrat antara *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa dengan ekstraktan CaCl_2



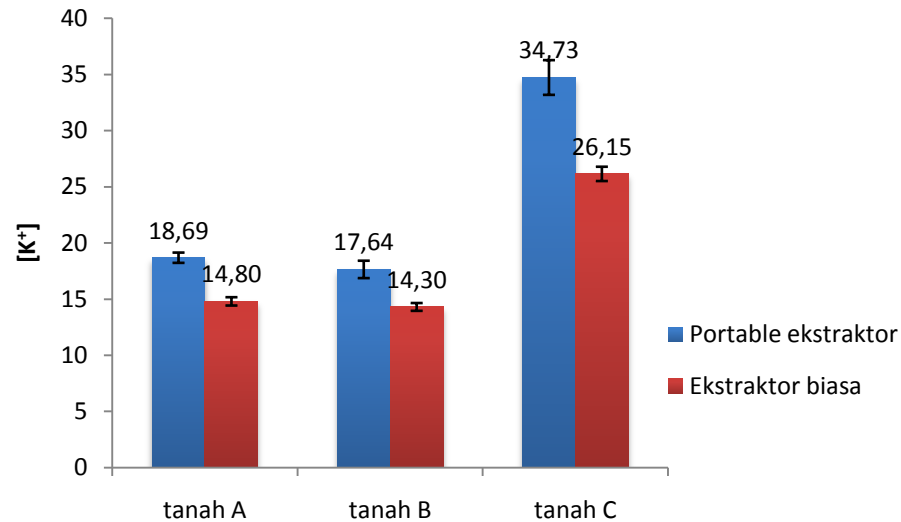
Gambar 4.15 Perbandingan konsentrasi nitrat antara *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa dengan ekstraktan Air

Diagram pada gambar 4.14 dan 4.15 menunjukkan perbandingan konsentrasi nitrat antara *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa dengan menggunakan CaCl_2 dan air sebagai ekstraktan. Konsentrasi menggunakan *portable* ekstraktor pada tanah A lebih tinggi daripada ekstraktor biasa. Berbeda pada tanah B dan C, konsentrasi ekstraktor biasa lebih tinggi daripada *portable*. Hal tersebut bisa terjadi karena nitrat pada tanah B dan C sulit mengion menggunakan *portable* ekstraktor sehingga nitrat pada tanah tersebut sulit terserap pada media (kanebo) dan konsentrasi yang dihasilkan lebih kecil dari ekstraktor biasa.

Perbandingan konsentrasi kalium antara *portable* ekstraktor dengan ekstraktor biasa dapat ditunjukkan pada gambar 4.16 dan 4.17. Konsentrasi kalium *portable* ekstraktor lebih tinggi daripada ekstraktor biasa pada setiap lokasi tanah baik menggunakan CaCl_2 sebagai ekstraktan maupun air sebagai ekstraktan. Hal tersebut bisa disebabkan karena kalium pada tanah A, B dan C jauh lebih bebas mengion menggunakan *portable* ekstraktor dimana terdapat media penyerap (kanebo) sehingga ion-ion dari kalium lebih banyak terkumpul dan terserap sehingga lebih mudah terukur daripada ekstraktor biasa (larutan).

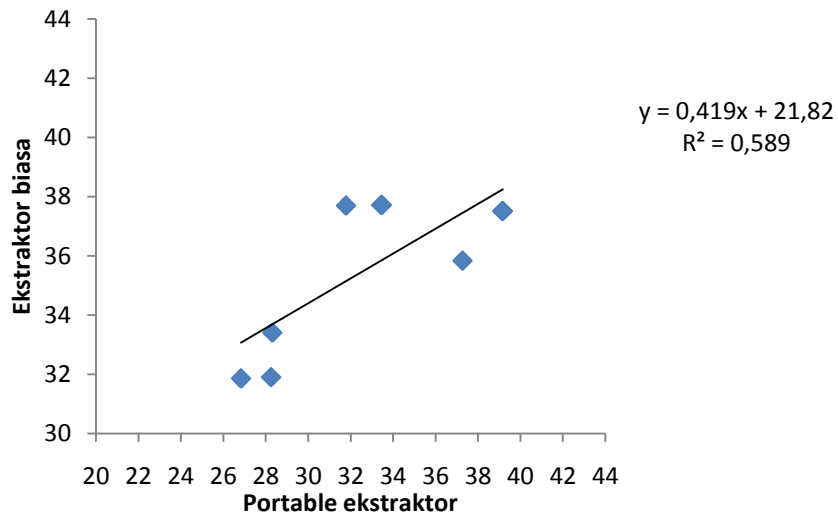


Gambar 4.16 Perbandingan konsentrasi kalium antara *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa dengan ekstraktan CaCl_2

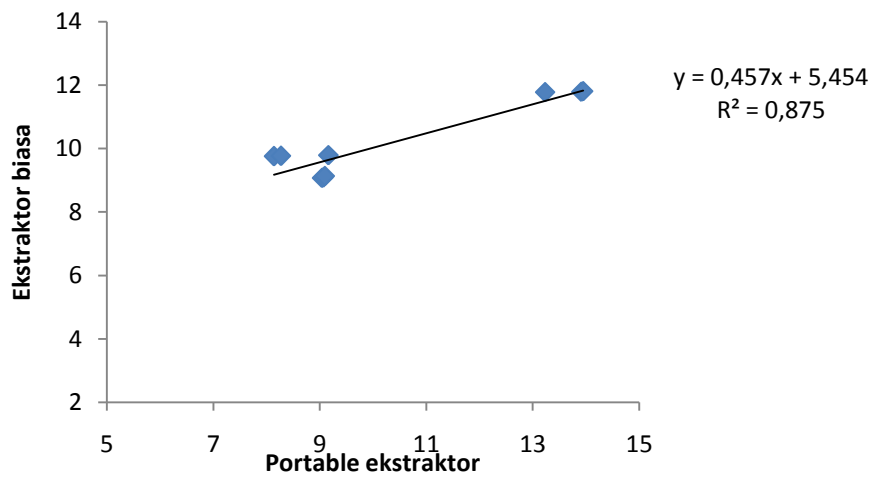


Gambar 4.17 Perbandingan konsentrasi kalium antara *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa dengan ekstraktan air

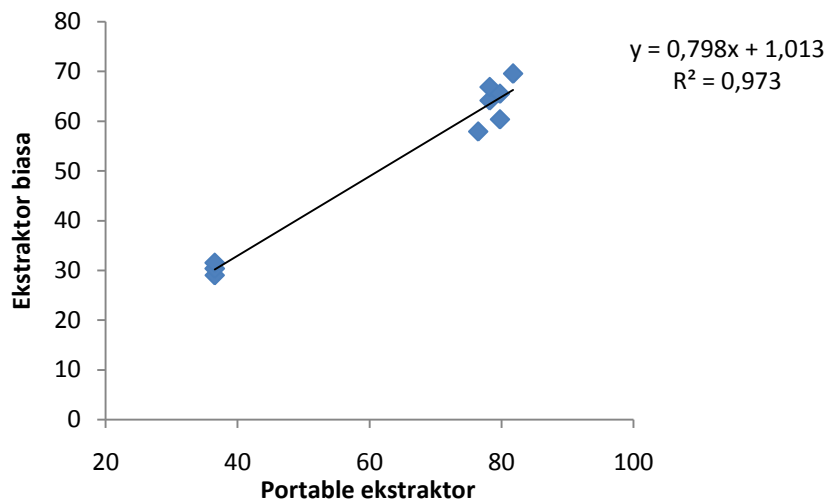
Perbandingan konsentrasi nitrat dan kalium juga dikomparasikan ke dalam kurva korelasi. Berdasarkan gambar 4.18, 4.19, 4.20, dan 4.21 dapat dilihat bahwa terdapat korelasi konsentrasi antara *portable* ekstraktor dengan ekstraktor biasa menggunakan ekstraktan CaCl_2 dan air. Hasil kinerja antara *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa tidak mempunyai perbedaan secara nyata. Kurva tersebut menunjukkan korelasi linier artinya *portable* ekstraktor dapat digunakan sebagai aplikasi lapangan. Secara statistik melalui uji-t nitrat, hasil ini memberikan pernyataan bahwa antara *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa mempunyai nilai hitung kurang dari nilai tabel artinya kedua pengukuran identik (memakai *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa tidak berbeda secara nyata). Akan tetapi, untuk kalium besarnya nilai hitung lebih besar dari nilai tabel artinya kedua pengukuran tidak identik (memakai *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa berbeda secara nyata).



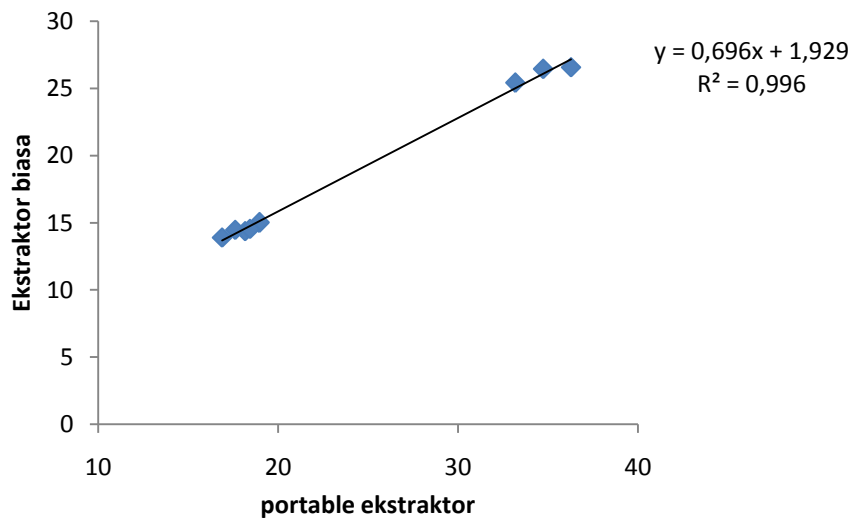
Gambar 4.18 Korelasi konsentrasi nitrat antara *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa dengan ekstraktan CaCl_2



Gambar 4.19 Korelasi konsentrasi nitrat antara *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa dengan ekstraktan air



Gambar 4.20 Korelasi konsentrasi kalium antara *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa dengan ekstraktan CaCl_2



Gambar 4.21 Korelasi konsentrasi kalium antara *portable* ekstraktor dan ekstraktor biasa dengan ekstraktan air.

Portable ekstraktor dan ekstraktor biasa dalam pengukuran, masing-masing mempunyai kelebihan dan kekurangan dalam pengukuran. Kelebihan dan kekurangan tersebut dapat dikomparasikan didalam tabel berikut :

Tabel 4.1 Perbedaan *Portable* Ekstraktor dengan Ekstraktor Biasa

Alat	Kelebihan	Kelemahan
<i>Portable</i> ekstraktor	<ol style="list-style-type: none"> 1. Tidak membutuhkan tempat sampel dari bahan gelas, sehingga lebih mudah didapat dan harganya murah. 2. Sampel lebih fresh, sehingga komponen tanah tidak berubah 3. Proses pemisahan lebih cepat 	<p>Sulit dalam hal membawa peralatan ke lapangan, dimana banyak peralatan yang dibawa misalnya digital voltmeter yang terlalu besar dan rangkaian antara tempat filtrat tidak menjadi satu dengan elektroda sehingga dibutuhkan pengembangan agar <i>portable</i> ekstraktor menjadi lebih simpel.</p>
Ekstraktor Biasa	Dilakukan di laboratorium, tidak membawa peralatan terlalu banyak seperti aplikasi lapangan	<ol style="list-style-type: none"> 1. Membutuhkan peralatan gelas yang bisa dikatakan mahal, misalnya beaker glass 2. Sampel kemungkinan terdapat perubahan komposisi/komponen tanah dari tempat lokasi, karena masih disimpan ter terlebih dahulu 3. Proses filtrasi lebih lama, terutama dengan ekstraktan air.

4.6 Perbandingan Hasil Analisis Pengukuran Nitrat dan Kalium Menggunakan Portable Ekstraktor dengan Metode Spektrometri

Hasil analisis ion nitrat dan kalium menggunakan ekstraktor biasa, *portable* ekstraktor, dan metode spektrometri (*flame photometer* dan spektrofotometer) ditunjukkan dengan menggunakan analisis variansi satu arah (*Anova one way*). Hasil uji analisis variansi satu arah nitrat menggunakan ekstrak CaCl_2 pada tanah A 1550,32 > 5,14, tanah B 1554,45 > 5,14, tanah C 1522,18 > 5,14. Sedangkan ekstrak air tanah A 223,80 > 5,14, tanah B 127,26 > 5,14, dan tanah C 27,41 > 5,14.

Hasil analisis variansi satu arah kalium menggunakan ekstrak CaCl_2 pada tanah A 198,14 > 5,14, tanah B 231,29 > 5,14, dan tanah C 20,74 > 5,14. Sedangkan ekstrak air tanah A 439,96 > 5,14, tanah B 241,98 > 5,14, dan tanah C 110,85 > 5,14. Data analisis variansi satu arah nitrat dan kalium tersebut menunjukkan bahwa F hitung lebih dari F tabel, artinya terdapat perbedaan rata-rata dari ketiga metode tersebut untuk analisis nitrat dan kalium di setiap lokasi tanah. Ketiga pengukuran tersebut bukan karena berbeda secara keseluruhan, tetapi bisa saja ekstrak yang digunakan pada potensiometri tidak dapat digunakan pada pengukuran menggunakan metode spektrometri sehingga ketiga pengukuran tersebut berbeda secara nyata.

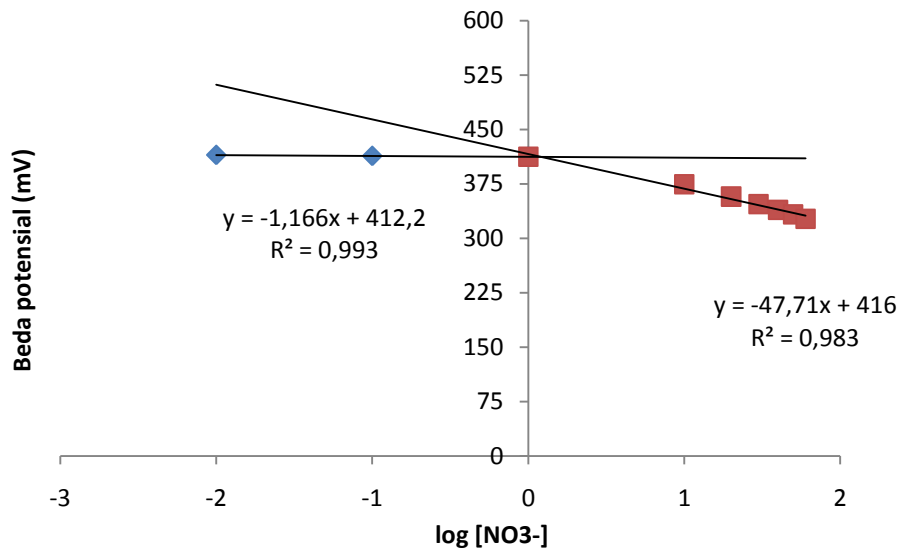
4.7 Karakteristik Pengukuran Nitrat dan Kalium dengan Metode Potensiometri

4.7.1 Daerah Linear

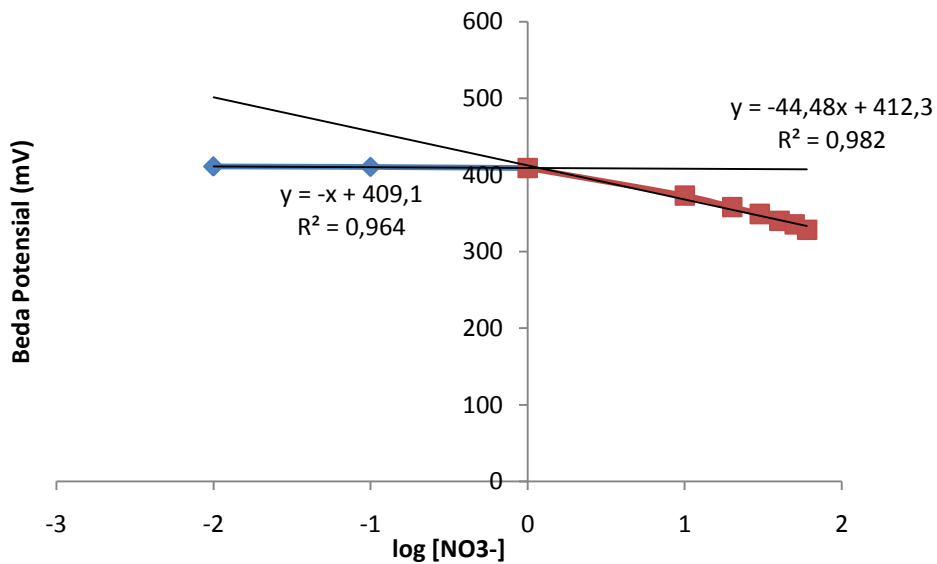
Kurva kalibrasi dibuat dengan menentukan potensial ion nitrat dan kalium dengan variasi konsentrasi. Variasi konsentrasi nitrat yang digunakan 0,01ppm, 0,1ppm, 1 ppm, 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, 50 ppm dan 60 ppm serta kalium 0,01 ppm, 0,1 ppm, 1 ppm, 5 ppm, 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm dan 50 ppm. Daerah linier merupakan daerah yang memberikan respon linear terhadap slope yang diperoleh dari kurva kalibrasi dengan memplotkan konsentrasi sebagai sumbu x dan beda potensial sebagai sumbu y.

$$y = bx + a$$

Data yang diperoleh dibuat kurva antara log konsentrasi nitrat/ kalium dengan beda potensial elektroda selektif ion nitrat/kalium.

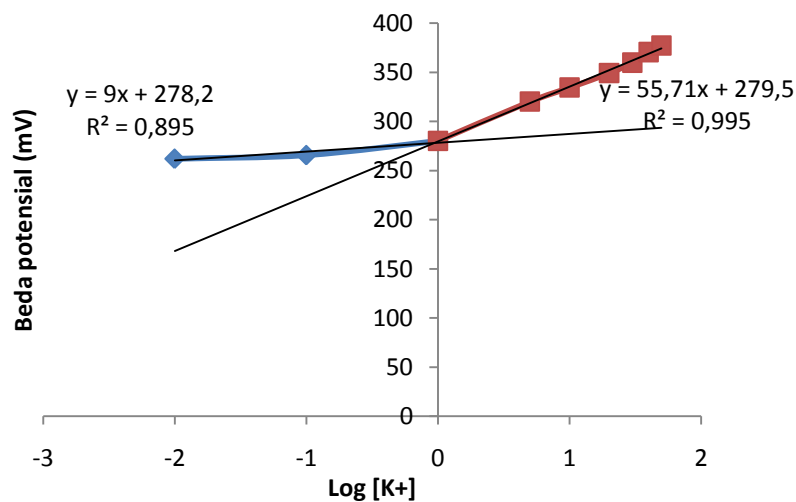


Gambar 4.22 Grafik hubungan antara log konsentrasi nitrat $[\text{NO}_3^-]$ terhadap beda potensial elektroda ion NO_3^-

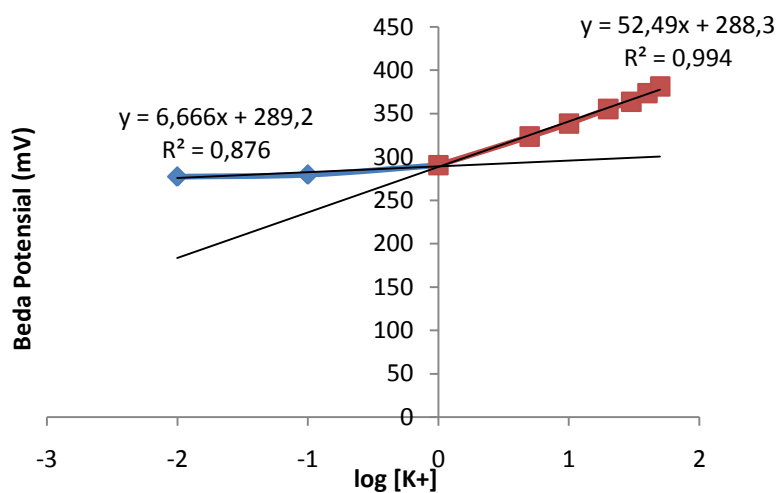


Gambar 4.23 Grafik hubungan antara log konsentrasi $[\text{NO}_3^-]$ terhadap beda potensial elektroda ion NO_3^- menggunakan *portable* ekstraktor

Berdasarkan gambar 4.22 dan 4.23 diketahui bahwa potensial menurun terhadap peningkatan konsentrasi. Nilai regresi yang diperoleh berdasarkan grafik 4.7 adalah sebesar 0,983, artinya $\pm 98,3\%$ perubahan potensial dipengaruhi oleh konsentrasi sedangkan $\pm 1,7\%$ dipengaruhi oleh faktor lain. Sedangkan nilai regresi yang diperoleh berdasarkan grafik 4.8 adalah sebesar 0,982, artinya $\pm 98,2\%$ perubahan potensial dipengaruhi oleh konsentrasi sedangkan $\pm 1,8\%$ dipengaruhi oleh faktor lain.



Gambar 4.24 Grafik hubungan antara log konsentrasi nitrat [K^+] terhadap beda potensial elektroda ion K^+



Gambar 4.25 Grafik hubungan antara log konsentrasi nitrat [K^+] terhadap beda potensial elektroda ion K^+ dengan menggunakan *portable* ekstraktor

Gambar 4.24 dan 4.25 menunjukkan bahwa potensial meningkat sesuai dengan peningkatan konsentrasi, hal ini diakibatkan semakin besar konsentrasi kalium perubahan potensial semakin besar. Nilai regresi yang diperoleh dari grafik 4.24 adalah sebesar 0.995, artinya $\pm 99,5$ % perubahan potensial dipengaruhi oleh konsentrasi sedangkan $\pm 0,5$ % dipengaruhi oleh faktor lain. Sedangkan nilai regresi yang diperoleh dari grafik 4.25 adalah sebesar 0,994, artinya $\pm 99,4$ perubahan potensial dipengaruhi oleh konsentrasi sedangkan $\pm 0,6$ % dipengaruhi oleh faktor lain.

4.7.2 Sensitivitas

Sensitivitas merupakan besarnya rasio perubahan sinyal (respon elektroda/sensor) tiap unit perubahan analit. Sensitivitas dinyatakan sebagai slope dari kurva kalibrasi yang diperoleh dengan range tertentu (Miller dan Miller, 1991). Dalam penelitian ini nilai slope tersebut untuk nitrat sebesar -47,71 dan kalium 55,71 diperoleh dari kurva kalibrasi sebagaimana yang disajikan dalam Gambar 4.22 dan 4.24. Sedangkan dengan menggunakan *portable* ekstraktor nilai slope (sensitivitas) untuk nitrat sebesar -44,48 dan kalium 52,49 (Gambar 4.23 dan 4.25). Nilai sensitivitas yang besar berarti bahwa perubahan konsentrasi yang kecil dari analit dapat memberikan respon yang berarti.

4.7.3 Limit deteksi

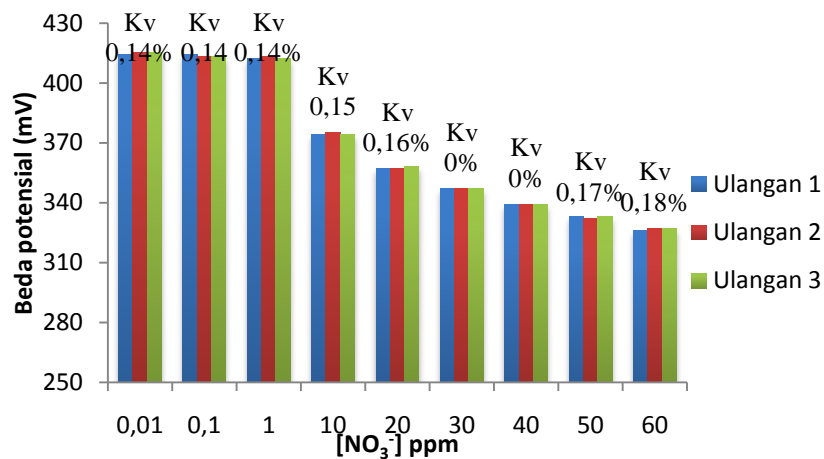
Limit deteksi merupakan kuantitas (konsentrasi) terkecil dari suatu analit yaitu nitrat dan kalium yang masih dapat ditentukan atau dideteksi, semakin kecil konsentrasi nitrat dan kalium yang dapat dideteksi maka kinerja dari elektroda selektif ion nitrat dan kalium dalam suatu larutan semakin baik. Limit deteksi yang diperoleh dari hasil perhitungan ekstraktor biasa untuk nitrat sebesar 0,73 ppm dan kalium sebesar 0,44 ppm. Limit deteksi menggunakan *portable* ekstraktor untuk nitrat sebesar 0,56 ppm dan kalium 1,06. Apabila konsentrasi analit lebih rendah dari batas tersebut elektroda tidak dapat menghasilkan respon yang signifikan.

Tabel 4.2 Limit deteksi hasil pengukuran dengan literatur :

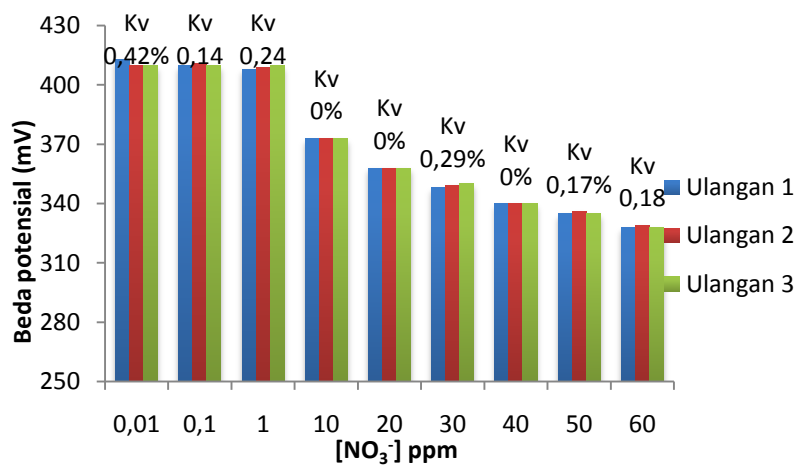
Jenis Ion	<i>Portable</i> ekstraktor	Ekstraktor biasa	Literatur
Nitrat (NO_3^-)	0,56 ppm	0,73 ppm	0,3 ppm
Kalium (K^+)	1,06 ppm	0,44 ppm	0,4 ppm

4.7.4 Reprodusibilitas

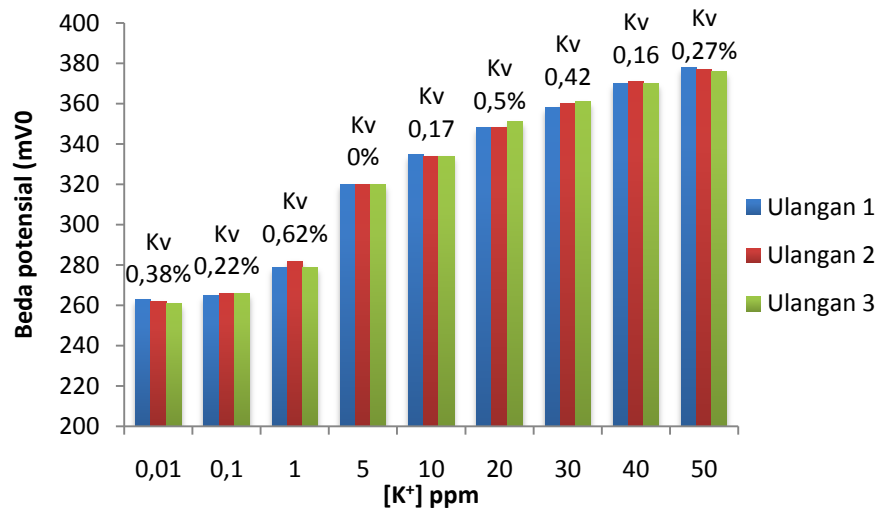
Reprodusibilitas elektroda dalam mendeteksi sampel dikatakan baik apabila nilai Kv (koefisien variasi) kurang dari 5%.



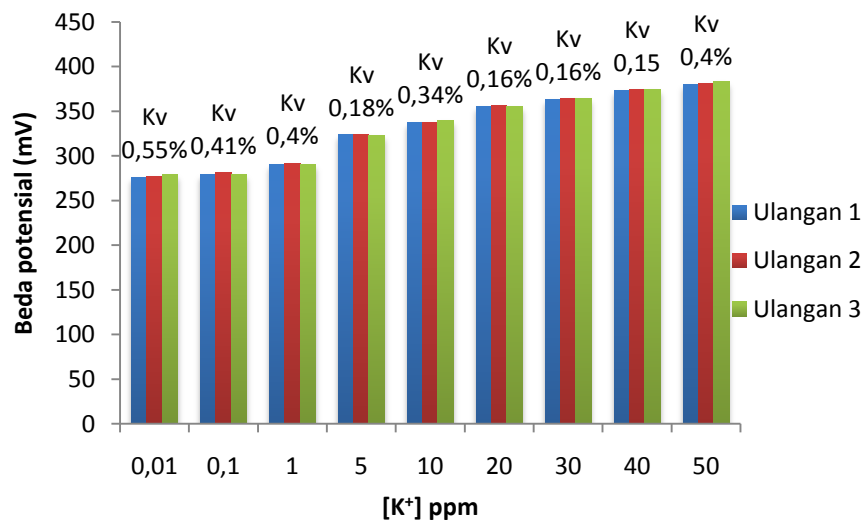
Gambar 4.26 Reprodusibilitas pada nitrat

Gambar 4.27 Reprodusibilitas pada nitrat dengan *portable* ekstraktor

Hasil penelitian menunjukkan bahwa koefisien variasi (Kv) terendah dari pengukuran kalibrasi nitrat adalah 0% pada konsentrasi 30 dan 40 ppm dan Kv tertinggi adalah 0,18% pada konsentrasi 60 ppm. Sedangkan pada *portable* ekstraktor koefisien variasi (Kv) terendah dari pengukuran kalibrasi adalah 0% pada konsentrasi 10 dan 20 ppm. Dan Kv tertinggi adalah 0,42% pada konsentrasi 0,01 ppm.



Gambar 4.28 Reprodusibilitas pada kalium



Gambar 4.29 Reprodusibilitas pada kalium dengan *portable* ekstraktor

Koefisien variasi (Kv) terendah berdasarkan gambar 4.24 adalah 0% yaitu pada konsentrasi 5 ppm dan Kv tertinggi adalah 0,62% pada konsentrasi 1 ppm. Sedangkan pada *portable* ekstraktor Kv terendah adalah 0,15% pada konsentrasi 40 ppm dan Kv tertinggi pada 0,55%. Berdasarkan hasil data analisis penelitian dapat disimpulkan bahwa nilai beda potensial yang dihasilkan bersifat reproduibel terhadap variasi konsentrasi.

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh maka didapatkan beberapa kesimpulan, yaitu sebagai berikut :

1. Desain *portable* ekstraktor telah berhasil dilakukan dan di uji dengan penyederhanaan pada proses pengadukan dan pemisahan dengan memanfaatkan material penyerap (chamois) sehingga memerlukan jumlah volume sampel yang relatif lebih kecil dibanding dengan ekstraksi biasa.
2. Ekstraktan optimum yang diperoleh berdasarkan pengukuran potensiometri untuk nitrat dan kalium adalah CaCl_2 0,01 M. Sedangkan waktu optimum pengadukan adalah 5 menit.
3. Hasil analisis nitrat dan kalium menggunakan analisis varians satu arah menunjukkan bahwa terdapat perbedaan dari ketiga pengukuran metode untuk analisis nitrat dan kalium di setiap lokasi tanah.

5.2 Saran

Berdasarkan pengamatan yang diperoleh, perlu dilakukan pengembangan terhadap *portable* ekstraktor agar bisa lebih simpel ketika digunakan sebagai aplikasi lapangan.

DAFTAR PUSTAKA

- Azis, A.S. 2011. *Disain Dan Pengujian Metering Device Untuk Unit Pemupuk Butiran Laju Variabel (Variable Rate Granular Fertilizer Applicator)*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Basset, J., Denney, R.C., Jeffery, G.H., dan Mendham, J. 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: Buku Kedokteran EGC.
- Caulcutt, R. 1995. *Statistic for Analytical Chemist*. London : Chapman and Hall.
- Christian, G. 1994. *Analitycal Chemistry*. Canada: John Willey and Son Inc.
- Ciesla, J., Ryzak, M., Bieganowski, A., Tkaczyk, P., Walczak, R. T., 2007. *Use of Ion-Selective Electrodes for Determination of Content of Potassium in Egner-Rhiem Soil Extracts*. *Institute of Agrophysics*. Polish Academy of Sciences, Lublin, Poland, 53, 29-33.
- Cotton, F.A., dan Wilkinson, G. 1996. *Kimia Anorganik*. Jakarta: Gramedia.
- Day. R.A dan Underwood, A.L. 1986. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta : Erlangga.
- Eaton, A.D., Clesceri, L.S., Greenberg, A.E. 1995. *Standard Methods For The Examination of Water and Wastewater*. Washington DC: American Public Health Association.
- Foth, H. D. 1994. *Dasar-Dasar Ilmu Tanah. Terjemahan Dr. Soenartono adi Soemarto, Ph.D dari Fundamental of Soil Science Sixth Edition*. Jakarta : Erlangga.
- Griffin, G, W. Jokela and Ross. D. 1995. *Recommended Soil Nitrate-N Tests*. P.22-29. *In Sims., T. And Wolf., A (eds.) Recommended soil testing procedures for the Northeastern United States*. U. Delaware Agric. Exp. Stn. Bull. 493.
- Hakim, N dan Yusuf, N. 1986. *Dasar-dasar Ilmu Tanah*. Lampung : Universitas Lampung.
- Herdiani, H. 2000. *Uji Kalibrasi Kalium Tanah Untuk Tanaman Jagung (Zea Mays L.) Dengan Berbagai Metode Ekstraksi Pada Tanah Tropika Masam Di Indonesia*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.

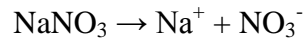
- Indranada, H.K. 1994. *Pengelolaan Kesuburan Tanah*. Jakarta: Bumi Aksara.
- Kateman, G. 1993. *Quality Control in Analytical Chemistry*. New York: J. Willey and sons, Inc.
- Kellner, R., Mermet, J. M., Otto, M. and Widner, H. M. 1998. *Analytical Chemistry*. Weinheim : Willey-VHC.
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : Universitas Indonesia
- Lingga, P. 2001. *Petunjuk Penggunaan Pupuk*. Jakarta : Penebar Swadaya
- Mehdi, S. M., Sarfraz, M., Sadiq, M., dan Hassan, G. 2002. *Comparative Efficiency of Various Potassium Extraction Procedures*. *Asian Journal of Plants Sciences*. 1(1):7-11.
- Messayu, P., Pratiwi, V., Noviardi, H., Sukmaya, C., 2008. *Analisis kadar NH_4^+ dan NO_3^- Tanah Andisol Wonosobo Pada Tanaman Daun Bawang*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Miller, J.C., & Miller, J.N. 1991. *Statistika untuk Kimia Analitik edisi kedua*. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Mitchell, C. 2000. *Soil Testing Issues for the Southeastern U.S.* Clemson: Clemson university.
- Mulyani, M. S. 1996. *Pupuk dan Cara Pemupukan*. Jakarta : Swadaya.
- Nico 2000. Tanpa Tahun. *Technical Specifications for the Nitrate Ion-Selective Electrode (ELIT 8021)*. <http://www.nico2000.com>, [19 Maret 2012].
- Noorizqiyah, E. 2009. *Mineralisasi Nitrogen Pada Empat Kedalaman Tanah Andisol Yang Dikelola Secara Organik Dan Konvensional Di Ciwidey Dan Cisarua*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Perry, R. H. 1997. *Perry's Chemical Engineering Handbook*. Seventh Edition. New York: Mc Graw Hill Company.
- Poerwidodo. 1993. *Telaah Kesuburan Tanah*. Bandung : Angkasa.

- Radite, P.A.S. 2001. *Development of Variable Rate Granular Applicator for Paddy Field*. Research report on Precision Agriculture Research Project. BRAIN-Kyoto University, Japan.
- Radite, P.A.S., Hermawan, W., Budiyanto, B., dan Azis, A. 2010. *Development of Variable Rate Fertilizer Applicator Module Based on 8-bit Embedded System* AFITA 2010 Int'l Conf., "The Quality Information for Competitive Agricultural Based Production System and Commerce, IICC Bogor, Oct 4-6, page 93-98.
- Rundle, BSc dan Chris C. 2011. *A Beginners Guide to Ion-Selective Electrode Measurements*. London, UK.
- Salomon, E. 1998. *Extraction of Soil Potassium with 0.01 M Calcium Chloride Compared to Official Swedish Methods*. *Soil Scienses* 29(19-20) : 2841-2854.
- Sawyer, D.T., Sabkowiak, A. & Roberts, J. 1995. *Electrochemistry for Chemist*. New York: John Wiley and Sons, Inc.
- Skoog, D.A and Leary., J.J. 1992. *Principle Of Instrumental Analysis*. New York: sounders College Publishing.
- Sparks, D.L. 1996. *Methods of soil Analysis part 3*. Chemical Methods Soil Society of america Book Series 5.
- Sudarmadji, S., Haryono, B dan Suhardi. 1984. *Prosedur Analisa untuk Bahan Makanan dan Pertanian*. Yogyakarta: Liberty.
- Sudjana. 1996. *Metode Statistika*. Bandung: Tarsito.
- Sukarti, E. 1998. *Teknik Analisis Suntik Alir Potensiometri dengan Elektroda Membran Ion Selektif* . Jurnal Ilmiah Widya Mandala, Tahun V . no.002-Juni-2008.
- Sutanto, R. 2005. *Dasar-dasar Ilmu Tanah*. Yogyakarta: Kanisius.
- Sutedjo, M. M., Kartasapoetra, A. G dan Sastroatmojo, S. 1991. *Mikrobiologi Tanah*. Jakarta : Rineka Cipta.
- Sutedjo, M.M. 1992. *Analisa Tanah, Air dan Jaringan Tanaman*. Jakarta: Rineka Cipta.

- Svehla, G. 1985. *Vogels Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro edisi kelima*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Tan, K.H. 1991. *Dasar-dasar Kimia Tanah*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press
- Tisdale, S.L., Nelson, W.L., Beaton, J.D. 1975. *Soil Fertility and Fertilizer*. New York: Macmillan pub.co.ltd.
- Tran D. V dan Nguyen, N. V. 2007. *The Concept and Implementation of Precision Farming and Rice Integrated Crop Management System for Sustainable Production in The Twenty-first Century*. International Rice Commission Crop and Grassland Service, FAO, Rome, Italy
- Treybal, R.E. 1981. *Mass-Transfer Operations*. Singapura: Mc Graw Hill Company.
- Varsa, E.C., Ebelhar, S.A., Chong, S.K., Indorante, S.J., and Wyciskalla, T.D. 1999. *Evaluation of Variable Rate Technology as a Management Tool for Potassium Fertilization of Grain Crops*. Illinois Fertilizer Conference Proceedings
- Walpole, R.E. 1992. *Pengantar Statistika Edisi ke-3*. Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama
- Watoni, A.H., Buchari. 2000. *Studi Aplikasi Metode Potensiometri Pada Penentuan Kandungan Karbon Organik Total Tanah*. JMS 5(1) : 23 – 40.
- Widjik S, Hardjono. 1996. *Metode Analisis Tanah*. Jakarta: Astra Agro Niaga.
- Wijaya. 2011. *Dasar-dasar ilmu tanah*. Cirebon: Fakultas Pertanian Universitas Swadaya Gunung Jati.
- Winarso, S. 2005. *Kesuburan Tanah. Dasar Kesehatan dan Kualitas Tanah*. Yogyakarta: Gava Media

LAMPIRAN A. PROSEDUR PREPARASI BAHAN

1. Larutan Standart Nitrat 1000ppm



$$\text{Mr NaNO}_3 = 85 \text{ g/mol}$$

$$1000 \text{ ppm (NO}_3^-) = \frac{\text{Ar (NO}_3^-)}{\text{Mr NaNO}_3} \times [\text{NaNO}_3]$$

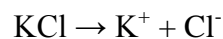
$$1000 \text{ ppm (NO}_3^-) = \frac{62,01}{82} \times [\text{NaNO}_3]$$

$$1000 \text{ ppm (NO}_3^-) = 729,529 \times [\text{NaNO}_3]$$

$$[\text{NaNO}_3] = \frac{1000}{729,529}$$

$$[\text{NaNO}_3] = 1,371$$

2. Larutan Standart Kalium 1000ppm



$$\text{Mr KCl} = 74,55 \text{ g/mol}$$

$$1000 \text{ ppm (K}^+) = \frac{\text{Ar (K}^+)}{\text{Mr KCl}} \times [\text{KCl}]$$

$$1000 \text{ ppm (K}^+) = \frac{39}{74,5} \times [\text{KCl}]$$

$$1000 \text{ ppm (K}^+) = 523,489 \times [\text{KCl}]$$

$$[\text{KCl}] = \frac{1000}{523,489}$$

$$[\text{KCl}] = 1,910$$

3. Larutan NaCl 2,5 M

Sebanyak 14,61 gram dilarutkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquademin sampai tanda batas.

4. Larutan (NH₄)₂SO₄ 2 M

Sebanyak 26,428 gram dilarutkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquademin sampai tanda batas.

LAMPIRAN B. SPESIFIKASI ELEKTRODA

1. Nitrat

Larutan standart : 1000 ppm NO_3^- dari NaNO_3

Kondisi waktu : 5 menit

Range pH optimum : pH 2 sampai pH 11

Range suhu : 0 sampai 50°C

ISAB : 2M $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (menambahkan 2% v/v)

Slope Elektroda pada 25°C : 54 ± 5 mV/ decade

Range konsentrasi : 0,3 sampai 6200 ppm (5×10^{-6} sampai 0,1 M)

Respon waktu : < 10 sekon

2. Kalium

Larutan standart : 1000 ppm K^+ dari KCl

Kondisi waktu : 5 menit

Range pH optimum : pH 1 sampai pH 9

Range suhu : 0 sampai 50°C

ISAB : 2,5 M NaCl (menambahkan 2% v/v)

Slope Elektroda pada 25°C : 54 ± 5 mV/ decade

Range konsentrasi : 0,4 sampai 3900 ppm (9×10^{-5} sampai 0,1 M)

Respon waktu : < 10 sekon

LAMPIRAN C. RESPON ELEKTRODA TERHADAP VARIASI EKSTRAKTAN

1. Nitrat

Ekstraktan	Tanah A(mV)			Rata-rata	Tanah B(mV)			Rata-rata	Tanah C(mV)			Rata-rata
	1	2	3		1	2	3		1	2	3	
Air	396	385	388	390	441	439	433	438	383	385	384	384
CaCl ₂	373	376	376	375	379	382	382	381	387	381	380	383
KCl	295	295	294	295	292	292	290	291	293	296	293	294
(NH ₄) ₂ SO ₄	381	382	385	383	424	418	414	419	384	384	385	384

2. Kalium

Ekstraktan	Tanah A(mV)			Rata-rata	Tanah B(mV)			Rata-rata	Tanah C(mV)			Rata-rata
	1	2	3		1	2	3		1	2	3	
Air	304	306	304	305	306	303	307	305	313	300	285	299
amonium	383	387	387	386	415	416	414	415	407	408	410	408
HNO ₃	307	311	311	310	307	310	309	309	281	285	287	284
CaCl ₂	325	324	325	325	324	327	324	325	309	303	305	306

**LAMPIRAN D. RESPON ELEKTRODA TERHADAP VARIASI WAKTU
PENGADUKAN**

1. Nitrat

Tanah A

Ekstraktan	waktu (menit)	mV			Rata- rata	SD
		1	2	3		
CaCl ₂	5	343	343	341	342	1,15
	15	335	342	335	337	4,04
	25	340	340	348	343	4,62
	35	346	341	347	345	3,21
	45	347	339	341	342	4,16
Air	5	342	343	343	343	0,58
	15	350	351	351	351	0,58
	25	345	346	346	346	0,58
	35	339	340	340	340	0,58
	45	339	340	339	339	0,58

Tanah B

Ekstraktan	waktu (menit)	mV			Rata- rata	SD
		1	2	3		
CaCl ₂	5	371	371	372	371	0,58
	15	371	370	370	370	0,58
	25	370	368	369	369	1,00
	35	368	370	368	369	1,15
	45	370	371	371	371	0,58
Air	5	389	390	389	389	0,58
	15	391	391	391	391	0,00
	25	393	393	392	393	0,58

35	388	389	389	389	0,58
45	388	387	389	388	1,00

Tanah C

Ekstraktan	waktu (menit)	mV			Rata-rata	SD
		1	2	3		
CaCl ₂	5	370	371	370	370	0,58
	15	373	374	373	373	0,58
	25	375	374	373	374	1,00
	35	372	373	373	373	0,58
	45	368	369	368	368	0,58
Air	5	390	390	391	390	0,58
	15	391	392	392	392	0,58
	25	384	385	386	385	1,00
	35	386	387	389	387	1,53
	45	384	386	386	385	1,15

2. Kalium

Tanah A

Ekstraktan	waktu (menit)	mV			Rata-rata	SD
		1	2	3		
CaCl ₂	5	322	322	324	323	1,15
	15	321	320	324	322	2,08
	25	323	328	324	325	2,65
	35	325	325	327	326	1,15
	45	324	322	324	323	1,15
Air	5	311	315	312	313	2,08

15	321	318	320	320	1,53
25	316	316	317	316	0,58
35	313	314	315	314	1,00
45	312	313	312	312	0,58

Tanah B

Ekstraktan	waktu (menit)	mV			Rata- rata	SD
		1	2	3		
CaCl ₂	5	314	313	314	314	0,58
	15	314	311	314	313	1,73
	25	315	318	319	317	2,08
	35	312	315	314	314	1,53
	45	317	315	313	315	2,00
Air	5	288	291	293	291	2,52
	15	294	291	293	293	1,53
	25	291	292	291	291	0,58
	35	287	283	291	287	4,00
	45	286	288	288	287	1,15

Tanah C

Ekstraktan	waktu (menit)	mV			Rata- rata	SD
		1	2	3		
CaCl ₂	5	333	331	333	332	1,15
	15	328	329	328	328	0,58
	25	331	336	335	334	2,65
	35	335	335	336	335	0,58
	45	337	332	336	335	2,65

	5	304	303	304	304	0,58
	15	302	302	302	302	0,00
Air	25	311	310	310	310	0,58
	35	304	303	303	303	0,58
	45	300	299	300	300	0,58

LAMPIRAN E. PERHITUNGAN LIMIT DETEKSI

1. Metode potensiometri

a. Nitrat

Persamaan regresi linier $y = -47,71x + 416$

Sinyal blanko					Y_B	S_B
411	413	414	417	415		
416	416	415	417	417	416	2,15
417	419	418	418	418		

$$\begin{aligned} \text{Pengukuran } Y_{\text{LOD}} &= Y_B + 3S_B \\ &= 416 + 3(2,15) \\ &= 423 \end{aligned}$$

Konsentrasi limit deteksi

$$\begin{aligned} (X_m) &= \frac{Y_{\text{LOD}} - c}{m} \\ &= \frac{423 - 416}{-47,71} \\ &= -0,14 \end{aligned}$$

$$\text{Log } [\text{NO}_3^-] = -0,14$$

$$\text{Antilog } [\text{NO}_3^-] = 0,73$$

b. Kalium

Persamaan regresi linier $y = 55,71x + 279,5$

Sinyal blanko					Y_B	S_B
249	249	249	249	250		
251	253	253	254	255	252	2,46
254	255	254	254	255		

$$\begin{aligned}
 \text{Pengukuran } Y_{\text{LOD}} &= Y_B + 3S_B \\
 &= 252 + 3(2,46) \\
 &= 260
 \end{aligned}$$

Konsentrasi limit deteksi

$$\begin{aligned}
 (X_m) &= \frac{Y_{\text{LOD}} - c}{m} \\
 &= \frac{260 - 279,5}{55,71} \\
 &= -0,36
 \end{aligned}$$

$$\text{Log } [K^+] = -0,36$$

$$\text{Antilog } [K^+] = 0,44$$

2. Metode potensiometri dengan portable ekstraktor

a. Nitrat

Persamaan regresi linier $y = -44,48x + 412,3$

Sinyal blanko					Y_B	S_B
417	420	420	420	422		
422	420	420	420	420	420	1,16
420	420	421	419	420		

$$\begin{aligned}
 \text{Pengukuran } Y_{\text{LOD}} &= Y_B + 3S_B \\
 &= 420 + 3(1,16) \\
 &= 424
 \end{aligned}$$

Konsentrasi limit deteksi

$$\begin{aligned}
 (X_m) &= \frac{Y_{\text{LOD}} - c}{m} \\
 &= \frac{424 - 412,3}{-44,48}
 \end{aligned}$$

$$= -0,17$$

$$\text{Log} [\text{NO}_3^-] = -0,25$$

$$\text{Antilog} [\text{NO}_3^-] = 0,56$$

b. Kalium

$$\text{Persamaan regresi linier } y = 52,49x + 288,3$$

Sinyal blanko					Y_B	S_B
280	279	280	281	282		
284	285	284	284	284	283	2,15
285	286	285	283	284		

$$\begin{aligned} \text{Pengukuran } Y_{\text{LOD}} &= Y_B + 3S_B \\ &= 283 + 3(2,15) \\ &= 290 \end{aligned}$$

Konsentrasi limit deteksi

$$\begin{aligned} (X_m) &= \frac{Y_{\text{LOD}} - c}{m} \\ &= \frac{290 - 288,3}{52,49} \\ &= 0,02 \end{aligned}$$

$$\text{Log} [\text{K}^+] = 0,02$$

$$\text{Antilog} [\text{K}^+] = 1,06$$

Tabel limit deteksi hasil pengukuran dengan literatur :

Jenis Ion	Portable ekstraktor	Ekstraktor biasa	Literatur
Nitrat (NO_3^-)	0,56 ppm	0,73 ppm	0,3 ppm
Kalium (K^+)	1,06 ppm	0,44 ppm	0,4 ppm

LAMPIRAN F. PERHITUNGAN REPRODUSIBILITAS

1. Metode potensiometri

a. Nitrat

Konsentrasi nitrat (ppm)	mV			Rata- rata	SD	Kv (%)
	1	2	3			
0,01	414	415	415	415	0,58	0,14
0,1	414	413	413	413	0,58	0,14
1	412	413	412	412	0,58	0,14
10	374	375	374	374	0,58	0,15
20	357	357	358	357	0,58	0,16
30	347	347	347	347	0,00	0,00
40	339	339	339	339	0,00	0,00
50	333	332	333	333	0,58	0,17
60	326	327	327	327	0,58	0,18

Misal pengukuran koefisien variasi 0,01 ppm

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

$$= \left[\frac{0,58}{415} \right] \cdot 100\%$$

$$= 0,14 \%$$

b. Kalium

Konsentrasi kalium (ppm)	mV			Rata- rata	SD	Kv (%)
	1	2	3			
0,01	263	262	261	262	1	0,38
0,1	265	266	266	266	0,58	0,22
1	279	282	279	280	1,73	0,62
5	320	320	320	320	0	0,00
10	335	334	334	334	0,58	0,17
20	348	348	351	349	1,73	0,50
30	358	360	361	360	1,53	0,42
40	370	371	370	370	0,58	0,16
50	378	377	376	377	1	0,27

Misal pengukuran koefisien variasi 0,01 ppm

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

$$= \left[\frac{1}{262} \right] \cdot 100\%$$

$$= 0,38 \%$$

2. Metode potensiometri dengan portable ekstraktor

a. Nitrat

Konsentrasi nitrat (ppm)	mV			Rata- rata	SD	Kv (%)
	1	2	3			
0,01	413	410	410	411	1,73	0,42
0,1	410	411	410	410	0,58	0,14
1	408	409	410	409	1,00	0,24
10	373	373	373	373	0,00	0,00
20	358	358	358	358	0,00	0,00
30	348	349	350	349	1,00	0,29
40	340	340	340	340	0,00	0,00
50	335	336	335	335	0,58	0,17
60	328	329	328	328	0,58	0,18

Misal pengukuran koefisien variasi 0,01 ppm

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

$$= \left[\frac{1,73}{411} \right] \cdot 100\%$$

$$= 0,42 \%$$

b. Kalium

Konsentrasi kalium (ppm)	mV			Rata- rata	SD	Kv (%)
	1	2	3			
0,01	276	277	279	277	1,53	0,55
0,1	279	281	279	280	1,15	0,41
1	290	292	290	291	1,15	0,40
5	324	324	323	324	0,58	0,18
10	338	338	340	339	1,15	0,34
20	355	356	355	355	0,58	0,16
30	363	364	364	364	0,58	0,16
40	373	374	374	374	0,58	0,15
50	380	381	383	381	1,53	0,40

Misal pengukuran koefisien variasi 0,01 ppm

$$\begin{aligned}Kv &= \left[\frac{SD}{x} \right] \cdot 100\% \\ &= \left[\frac{1,53}{277} \right] \cdot 100\% = 0,55 \%\end{aligned}$$

LAMPIRAN G. PERHITUNGAN KADAR AIR (KADAR LENGAS)

1. Nitrat

Tanah	Berat(gram)					Kadar Lengas	Faktor koreksi
	a	b	c	b-c	c-a		
tanah A	61	66	65,1	0,9	4,1	21,95	1,22
tanah B	50,6	55,6	55	0,6	4,4	13,64	1,14
tanah C	54,8	59,8	58,5	1,3	3,7	35,14	1,35

a : cawan kosong

b : cawan+tanah

c : cawan +tanah setelah di oven

Berat air = kehilangan air selama di dalam oven = (b-c)

Berat tanah kering oven = (c-a)

$$\% \text{ kadar lengas} = \frac{\text{Berat air}}{\text{Tanah kering (105)}^\circ\text{C}} \times 100\%$$

Contoh perhitungan kadar lengas tanah A:

$$\begin{aligned} \% \text{ kadar lengas} &= \frac{b - c}{c - a} \times 100\% \\ &= \frac{0,9}{4,1} \times 100\% = 21,95 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Faktor koreksi (fk)} &= \frac{100 + \text{KA}}{100} \\ &= \frac{100 + 21,95}{100} = 1,22 \end{aligned}$$

Contoh perhitungan ppm kering nitrat dalam tanah :

$$[\text{NO}_3^-](\text{mg/kg}) = \frac{[\text{NO}_3^-] \text{ kurva} \times \text{fk} \times \text{volume ekstrak}}{\text{Bobot tanah}}$$

$$= \frac{12,22 \text{ mg/L} \times 1,22 \times 0,1 \text{ L}}{0,04\text{kg}} = 37,27 \text{ mg/kg}$$

2. Kalium

Tanah	Berat(gram)					Kadar Lengas	Faktor koreksi
	a	b	c	b-c	c-a		
tanah A	60,93	65,93	64,64	1,29	3,71	34,77	1,35
tanah B	50,63	55,63	54,96	0,67	4,33	15,47	1,15
tanah C	54,63	59,63	58,54	1,09	3,91	27,88	1,28

Contoh perhitungan kadar lengas tanah A:

$$\begin{aligned} \% \text{ kadar lengas} &= \frac{b - c}{c - a} \times 100\% \\ &= \frac{1,29}{3,71} \times 100\% = 34,77\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Faktor koreksi (fk)} &= \frac{100 + KA}{100} \\ &= \frac{100 + 34,77}{100} = 1,35 \end{aligned}$$

Contoh perhitungan ppm kering kalium dalam tanah :

$$\begin{aligned} [K^+](\text{mg/kg}) &= \frac{[K^+] \text{ kurva} \times \text{fk} \times \text{volume ekstrak}}{\text{Bobot tanah}} \\ &= \frac{2,71 \text{ mg/L} \times 1,35 \times 0,1 \text{ L}}{0,01\text{kg}} = 36,57 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

LAMPIRAN H. UJI ANOVA *ONE WAY*

1. Nitrat

ekstraktan	tanah	Konsentrasi (ppm)		
		ekstraktor biasa	Ekstraktor	Spektro
CaCl ₂	tanah A	35,83	37,27	4,09
		37,52	39,18	4,09
		37,52	39,14	3,63
	tanah B	33,40	28,26	2,08
		31,86	26,84	2,29
		31,91	28,31	2,51
	tanah C	37,72	33,47	6,86
		37,69	33,44	7,72
		37,72	31,78	8,41
Air	tanah A	11,79	13,23	-110,71
		11,78	13,95	-88,88
		11,81	13,91	-88,88
	tanah B	9,08	9,10	-161,73
		9,08	9,06	-135,51
		9,14	9,04	-187,96
	tanah C	9,79	8,27	-129,41
		9,77	9,17	-67,29
		9,76	8,14	-77,65

Penyelesain :**1. Formulasi Hipotesis**

$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3 = 0$ (Rata-rata konsentrasi nitrat sama untuk ketiga metode di setiap lokasi tanah)

2. Taraf nyata (α) dengan F_{tabel}

$$(\alpha) = 5\% = 0,05$$

$$a. F_{0,05}\{(k-1);k(n-1)\} = F_{0,05}(2;6) = 5,14$$

3. Kriteria pengujian

H_0 diterima apabila $F_{hitung} \leq 5,14$

4. Analisis varians

$CaCl_2 \rightarrow$ Tanah A

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKT = 35,83^2 + 37,52^2 + 37,52^2 + \dots + 3,63^2 - \frac{238,27^2}{3 \times 3}$$

$$JKT = 2293,74$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{..}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{110,87^2 + 115,59^2 + 11,81^2}{3} - \frac{238,27^2}{3 \times 3}$$

$$JKK = 2289,31$$

$$JKG = JKT - JKK$$

$$JKG = 2293,74 - 2289,31$$

$$JKG = 4,43$$

Sumber variasi	DB	Jumlah kuadrat	KR	Statistik F	F tabel
perlakuan	2	2289,31	1144,66	1550,32	5,14
Galat	6	4,43	0,74		
Total	8	2293,74			

CaCl₂ → Tanah B

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKT = 33,40^2 + 31,86^2 + 31,91^2 + \dots + 2,51^2 - \frac{187,46^2}{3 \times 3}$$

$$JKT = 1580,36$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{.i}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{97,17^2 + 83,41^2 + 6,88^2}{3} - \frac{187,46^2}{3 \times 3}$$

$$JKK = 1577,31$$

JKG = JKT – JKK

$$JKG = 1580,36 - 1577,31$$

$$JKG = 3,05$$

Sumber variasi	DB	Jumlah kuadrat	KR	Statistik F	F tabel
perlakuan	2	1580,36	790,18	1554,45	5,14
Galat	6	3,05	0,51		
Total	8	1577,31			

CaCl₂ → Tanah C

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKT = 37,72^2 + 37,69^2 + 37,72^2 + \dots + 8,41^2 - \frac{234,81^2}{3 \times 3}$$

$$JKT = 1565,84$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{.i}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{113,14^2 + 98,68^2 + 22,99^2}{3} - \frac{234,81^2}{3 \times 3}$$

$$JKK = 1562,77$$

JKG = JKT – JKK

$$JKG = 1565,84 - 1562,77$$

$$JKG = 3,08$$

Sumber variasi	DB	Jumlah kuadrat	KR	Statistik F	F tabel
perlakuan	2	1562,77	781,39	1522,18	5,14
Galat	6	3,08	0,51		
Total	8	1565,84			

Air → Tanah A

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKT = 11,79^2 + 11,78^2 + 11,81^2 + \dots + (-88,88)^2 - \frac{-211,99^2}{3 \times 3}$$

$$JKT = 24043,36$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{..}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{35,38^2 + 41,10^2 + -288,47^2}{3} - \frac{-211,99^2}{3 \times 3}$$

$$JKK = 23725,33$$

$$JKG = JKT - JKK$$

$$JKG = 24043,36 - 23725,33$$

$$JKG = 318,03$$

Sumber variasi	DB	Jumlah kuadrat	KR	Statistik F	F tabel
perlakuan	2	23725,33	11862,67	223,80	5,14
Galat	6	318,03	53,01		
Total	8	24043,36			

Air → Tanah B

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKT = 9,08^2 + 9,08^2 + 9,14^2 + \dots + -187,96^2 - \frac{-430,70^2}{3 \times 3}$$

$$JKT = 59732,09$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{..}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{27,30^2 + 27,20^2 + -485,20^2}{3} - \frac{-430,70^2}{3 \times 3}$$

$$JKK = 23725,33$$

$$JKG = JKT - JKK$$

$$JKG = 59732,09 - 23725,33$$

$$JKG = 1375,71$$

Sumber variasi	DB	Jumlah kuadrat	KR	Statistik F	F tabel
perlakuan	2	58356,38	29178,19	127,26	5,14
Galat	6	1375,71	229,29		
Total	8	59732,09			

Air → Tanah C

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKT = 9,08^2 + 9,08^2 + 9,14^2 + \dots + (-187,96)^2 - \frac{-430,70^2}{3 \times 3}$$

$$JKT = 59732,09$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{..}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{27,30^2 + 27,20^2 + (-485,20)^2}{3} - \frac{-430,70^2}{3 \times 3}$$

$$JKK = 23725,33$$

$$JKG = JKT - JKK$$

$$JKG = 59732,09 - 23725,33$$

$$JKG = 1375,71$$

2. Kalium

ekstraktan	tanah	Konsentrasi (ppm)		
		ekstraktor biasa	Ekstraktor	flame
CaCl ₂	tanah A	31,55	36,57	24,81
		29,05	36,57	24,81
		30,35	36,54	24,81
	tanah B	64,18	78,26	45,55
		66,89	81,76	45,55
		69,59	78,26	45,55
	tanah C	65,54	76,46	65,90
		60,40	79,79	61,83
		57,96	79,79	69,96
Air	tanah A	15,03	18,16	10,48
		14,37	18,94	10,48
		15,00	18,96	10,48
	tanah B	14,47	18,44	8,92
		14,54	17,61	8,92
		13,91	16,89	8,92
	tanah C	26,44	33,18	23,52
		26,58	36,27	23,52
		25,42	34,74	23,52

Penyelesain :

1. Formulasi Hipotesis

H₀ : $\mu_1 = \mu_2 = \mu_3 = 0$ (Rata-rata konsentrasi kalium sama untuk ketiga metode di setiap lokasi tanah)

2. Taraf nyata (α) dengan F_{tabel}

(α) = 5% = 0,05

$$a. F_{0,05}\{(k-1);k(n-1)\} = F_{0,05}(2;6) = 5,14$$

3. Kriteria pengujian

H_0 diterima apabila $F_{hitung} \leq 5,14$

4. Analisis varians

CaCl₂ → Tanah A

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKT = 31,55^2 + 29,05^2 + 30,35^2 + \dots + 24,81^2 - \frac{275,05^2}{3 \times 3}$$

$$JKT = 210,52$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{..}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{90,95^2 + 109,67^2 + 74,42^2}{3} - \frac{275,05^2}{3 \times 3}$$

$$JKK = 207,39$$

$$JKG = JKT - JKK$$

$$JKG = 210,52 - 207,39$$

$$JKG = 3,14$$

Sumber variasi	DB	Jumlah kuadrat	KR	Statistik F	F tabel
perlakuan	2	207,39	103,70	198,14	5,14
Galat	6	3,14	0,52		
Total	8	210,52			

CaCl₂ → Tanah B

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKT = 64,18^2 + 66,89^2 + 69,59^2 + \dots + 45,55^2 - \frac{575,57^2}{3 \times 3}$$

$$JKT = 1782,97$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{..}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{200,65^2 + 238,28^2 + 136,64^2}{3} - \frac{575,57^2}{3 \times 3}$$

$$JKK = 1760,14$$

$$JKG = JKT - JKK$$

$$JKG = 1782,97 - 1760,14$$

$$JKG = 22,83$$

Sumber variasi	DB	jumlah kuadrat	KR	Statistik F	F tabel
perlakuan	2	1760,14	880,07	231,29	5,14
Galat	6	22,83	3,81		
Total	8	1782,97			

CaCl₂ → Tanah C

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKT = 65,54^2 + 60,40^2 + 57,96^2 + \dots + 69,96^2 - \frac{617,62^2}{3 \times 3}$$

$$JKT = 556,83$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{..}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{183,90^2 + 236,03^2 + 197,69^2}{3} - \frac{617,62^2}{3 \times 3}$$

$$JKK = 486,45$$

$$JKG = JKT - JKK$$

$$JKG = 556,83 - 486,45$$

$$JKG = 70,38$$

Sumber variasi	DB	Jumlah kuadrat	KR	Statistik F	F tabel
perlakuan	2	486,45	243,23	20,74	5,14
Galat	6	70,38	11,73		
Total	8	556,83			

Air → tanah A

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKT = 15,03^2 + 14,37^2 + 15^2 + \dots + 10,48^2 - \frac{131,88^2}{3 \times 3}$$

$$JKT = 101,89$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{.i}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{44,4^2 + 56,06^2 + 31,43^2}{3} - \frac{131,88^2}{3 \times 3}$$

$$JKK = 101,19$$

$$JKG = JKT - JKK$$

$$JKG = 101,89 - 101,19$$

$$JKG = 0,69$$

Sumber variasi	DB	Jumlah kuadrat	KR	Statistik F	F tabel
perlakuan	2	101,19	50,60	439,96	5,14
Galat	6	0,69	0,12		
Total	8	101,89			

Air → tanah B

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKT = 14,47^2 + 14,54^2 + 13,91^2 + \dots + 8,92^2 - \frac{122,62^2}{3 \times 3}$$

$$JKT = 117,59$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{.i}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{42,91^2 + 52,93^2 + 26,77^2}{3} - \frac{122,62^2}{3 \times 3}$$

$$JKK = 116,15$$

$$JKG = JKT - JKK$$

$$JKG = 117,59 - 116,15$$

$$JKG = 1,44$$

Sumber variasi	DB	Jumlah kuadrat	KR	Statistik F	F tabel
perlakuan	2	116,15	58,08	241,98	5,14
Galat	6	1,44	0,24		
Total	8	117,59			

Air → tanah C

$$JKT = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKT = 26,44^2 + 26,58^2 + 25,42^2 + \dots + 23,52^2 - \frac{253,20^2}{3 \times 3}$$

$$JKT = 211,78$$

$$JKK = \frac{\sum_{i=1}^k T_{..}^2}{n} - \frac{T_{..}^2}{nk}$$

$$JKK = \frac{78,45^2 + 104,19^2 + 70,56^2}{3} - \frac{253,20^2}{3 \times 3}$$

$$JKK = 206,19$$

$$JKG = JKT - JKK$$

$$JKG = 211,78 - 206,19$$

$$JKG = 5,58$$

Sumber variasi	DB	Jumlah kuadrat	KR	Statistik F	F tabel
perlakuan	2	206,19	103,10	110,85	5,14
Galat	6	5,58	0,93		
Total	8	211,78			