

**PENGEMBANGAN TEKNIK ANALISIS KADAR TEMBAGA
DALAM TANAH TROPIKA**

(Skripsi)

Mia Milanti



**FAKULTAS PERTANIAN
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

ABSTRAK

PENGEMBANGAN TEKNIK ANALISIS KADAR TEMBAGA DALAM TANAH TROPIKA

Oleh

Mia Milanti

Salah satu metode yang digunakan untuk menganalisis logam berat di tanah adalah metode ekstraksi kimia, yang merupakan tahap awal pengembangan teknik analisis tanah. Ekstraksi kimia merupakan proses pemisahan bahan dari campurannya dengan menggunakan pelarut yang sesuai. Pemilihan metode ekstraksi kimia tergantung pada sifat bahan dan senyawa yang akan dianalisis. Logam berat Cu dalam tanah biasanya diekstraksi menggunakan larutan DTPA untuk analisis dengan Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) setelah pengenceran yang diperlukan. Namun, metode DTPA dikembangkan pada dan untuk tanah alkalin yang memiliki pH tinggi, dan karenanya metode DTPA disangga pada pH 7,30, sedangkan tanah di Indonesia umumnya bersifat asam. Untuk itu, perlu dikembangkan dengan teknik analisis lain yang lebih tepat untuk tanah asam. Penelitian ini dilaksanakan untuk mengembangkan teknik analisis logam berat pada tanah asam (tropika). Penelitian ini dilaksanakan di

Laboratorium Ilmu Tanah, Fakultas Pertanian Universitas Lampung dari bulan April-Juli 2019.

Contoh tanah dengan berbagai konsentrasi Cu diambil dari petak penelitian yang disusun secara faktorial menggunakan Rancangan Acak Kelompok (RAK) yang telah dilaksanakan pada tahun 1998 (21 tahun yang lalu). Terdapat 3 faktor dan 3 ulangan dalam penelitian ini: (1) limbah industri dengan 3 taraf : 0, 15, dan 60 mg ha⁻¹, (2) kompos daun singkong dengan 2 taraf : 0, dan 5 mg ha⁻¹, serta (3) kapur (CaCO₃) dengan 2 taraf : 0 dan 5 mg ha⁻¹. Contoh tanah diambil secara komposit pada kedalaman 0-15 cm pada 3 titik setiap petak percobaan untuk penetapan konsentrasi Cu tanah. Konsentrasi Cu contoh tanah kemudian ditetapkan dengan beberapa pengestrak. Data yang diperoleh dianalisis secara semi-kuantitatif dengan cara dibandingkan dengan metode DTPA (pH 7,3) dan dengan metode lain yaitu metode DTPA tidak disangga, N HCl, N HNO₃, N NH₄OAc pH 7, dan M CaCl₂, untuk mendapatkan nilai koefisien korelasi yang paling tinggi dari metode yang dikembangkan.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pengestrak (tidak disangga), N HCl, N NH₄OAc, dan M CaCl₂ berkorelasi dengan pengestrak DTPA 7,3. Metode lain yang digunakan juga berkorelasi relatif tinggi dengan beberapa jenis pengestrak lain yang digunakan, yaitu N HCl dengan N HNO₃, N HCl dengan N NH₄OAc. Pengestrak M CaCl₂ vs DTPA 7,3; N NH₄OAc vs DTPA 7,3; N HCl vs DTPA 7,3 dan N HNO₃ vs N HCl, dan N NH₄OAc vs N HCl berkorelasi lebih tinggi pada konsentrasi rendah (<20-60 mg/kg⁻¹). Ini menunjukkan bahwa pengestrak N HCl, N HNO₃, N NH₄OAc, dan M CaCl₂ dapat digunakan untuk analisis Cu

tersedia pada tanah asam dengan konsentrasi Cu rendah <20-60 mg kg⁻¹ sesuai dengan pengekstrak masing-masing.

Kata kunci: kapur, limbah industri, metode DTPA, tembaga.

**PENGEMBANGAN TEKNIK ANALISIS KADAR TEMBAGA
DALAM TANAH TROPIKA**

Oleh

Mia Milanti

Skripsi

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA PERTANIAN

pada

Jurusan Agroteknologi
Fakultas Pertanian Universitas Lampung



**FAKULTAS PERTANIAN
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

Judul Skripsi : **PENGEMBANGAN TEKNIK ANALISIS
KADAR TEMBAGA DALAM TANAH
TROPIKA**

Nama Mahasiswa : **Mia Milanti**

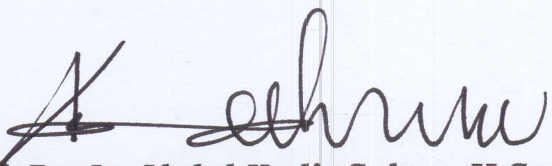
Nomor Pokok Mahasiswa : 1514121129


Jurusan : Agroteknologi

Fakultas : Pertanian

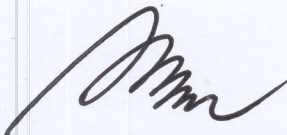
MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing


Prof. Dr. Ir. Abdul Kadir Salam, M.Sc.
NIP 196011091985031001


Ir. Hery Novpriansyah, M.Si.
NIP 196611151990101001

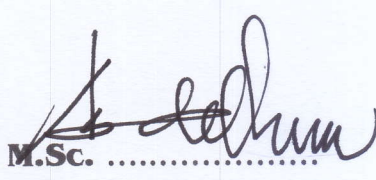
2. Ketua Jurusan Agroteknologi


Prof. Dr. Ir. Sri Yusnaini, M.Si.
NIP 196305081988112001

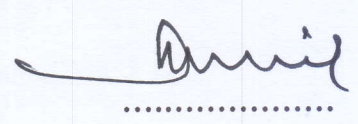
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Pembimbing Utama : **Prof. Dr. Ir. Abdul Kadir Salam, M.Sc.**



Anggota Pembimbing : **Ir. Hery Novpriansyah, M.Si.**



Penguji
Bukan Pembimbing : **Ir. Sarno, M.S.**



2. Dekan Fakultas Pertanian



Prof. Dr. Ir. Irwan Sukri Banuwa, M.Si.
NIP. 196110201986031002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **13 November 2019**

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul **“Pengembangan Teknik Analisis Kadar Tembaga dalam Tanah Tropika”** merupakan hasil karya saya sendiri bukan hasil karya orang lain. Semua hasil yang tertuang dalam skripsi ini telah mengikuti kaidah penulisan karya ilmiah Universitas Lampung. Bila kemudian hari terbukti bahwa skripsi ini merupakan hasil salinan atau dibuat oleh orang lain maka saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan ketentuan akademik yang berlaku.

Bandar Lampung, 06 Desember 2019



Mia Milanti
1514121129

RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di Pangkul, Kecamatan Wonosobo, Kabupaten Tanggamus, pada 29 September 1997 sebagai anak pertama dari pasangan Hi. Muslimin dan Hj. Masnah. Penulis memulai pendidikan dasar pada tahun 2003 di SDN 1 Srikuncoro, Kecamatan Semaka, Tanggamus. Penulis melanjutkan pendidikan menengah pertama di Perguruan Diniyyah Putri Lampung, Negeri Sakti, Kecamatan Gedong Tataan, Pesawaran dan lulus pada tahun 2012. Setelah itu penulis melanjutkan pendidikan menengah atas di SMAN 1 Kotaagung, Tanggamus, dan lulus pada tahun 2015. Penulis kemudian melanjutkan studi ke tingkat perguruan tinggi di Jurusan Agroteknologi Fakultas Pertanian Universitas Lampung melalui jalur Ujian Mandiri (UM).

Penulis memilih Konsentrasi Ilmu Tanah pada Program Studi Agroteknologi. Selama menjadi mahasiswa pada tahun 2017 Penulis menjadi asisten dosen pada praktikum mata kuliah Dasar-Dasar Ilmu Tanah. Penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Kalipapan, Kecamatan Negeri Agung, Kabupaten Way Kanan pada Januari – Februari 2019, dan melaksanakan Praktik Umum (PU) di Balai Pelatihan Pertanian Lampung Natar, Lampung Selatan pada Juli – Agustus 2019.

Sebuah karya yang kupersembahkan untuk Ayah dan Ibunda Tercinta

*“Kadang, perlu sakit untuk merasakan nikmatnya sehat,
Perlu berjuang untuk merasakan kesuksesan
Perlu terjatuh untuk melompat lebih tinggi
Setiap perjalanan hidup perlu menikmati proses kehidupan”
(Martin, 2018).*

*Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu pasti ada kemudahan.
(Q.S Al-Insyirah Ayat 6).*

*Orang-orang hebat di bidang apapun bukan baru bekerja karena terinspirasi,
namun mereka menjadi terinspirasi karena mereka lebih suka bekerja. Mereka
tidak menyia-nyiakan waktu untuk menunggu inspirasi.
(Ernest Newman).*

SANWACANA

Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah *Subhanahuwata'ala* yang telah memberikan nikmat dan karunia-Nya, serta kemudahan sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“PENGEMBANGAN TEKNIK ANALISIS KADAR TEMBAGA DALAM TANAH TROPIKA.”** Skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Pertanian di Jurusan Agroteknologi, Fakultas Pertanian, Universitas Lampung. Penulis menyadari bahwa dalam menyusun skripsi ini banyak pihak yang terlibat, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. Ir. Irwan Sukri Banuwa, M.Si., selaku Dekan Fakultas Pertanian, Universitas Lampung;
2. Prof. Dr. Ir. Sri Yusnaini, M.Si., selaku Ketua Jurusan Agroteknologi, Fakultas Pertanian, Universitas Lampung;
3. Prof. Dr. Ir. Abdul Kadir Salam, M.Sc., selaku Dosen Pembimbing I atas bimbingan, saran, motivasi, dan fasilitas yang diberikan selama penelitian hingga penulisan skripsi ini selesai;
4. Ir. Hery Novpriansyah, M.Si., selaku Pembimbing II, atas nasihat, dan motivasi yang diberikan kepada penulis selama penulisan skripsi ini;
5. Ir. Sarno, M.S., selaku Dosen Penguji yang telah memberikan saran dan arahan kepada penulis;

6. Prof. Dr. Ir. Setyo Dwi Utomo, M.Sc., selaku Pembimbing Akademik atas bimbingan dan nasehat selama ini;
7. Seluruh dosen Program Studi Agroteknologi yang telah memberikan ilmu pengetahuan kepada penulis selama menempuh pendidikan di Universitas Lampung;
8. Kedua orang tua Bapak Hi. Muslimin dan Ibu Hj. Masnah, adikku Jely Anggara yang selalu memberikan doa, dukungan dan cinta yang tiada henti kepada Penulis;
9. Gevara Zourdan, S.P., yang selalu memberikan semangat, perhatian, motivasi dan bimbingannya kepada penulis;
10. Sahabat tersayang, dan seperjuangan selama penulisan skripsi: Desmarita Hidayani, Mikha Yunita Siburian, Nadya Nurlita, Cemi Wulan Miarti, Masriyana, atas perhatian, kasih sayang, motivasi, bantuan, dan kebersamaan kepada penulis;
11. Teman se tim dan seperjuangan selama penulisan skripsi: Asri Foresta Pakpahan.
12. Teman-teman Agroteknologi Angkatan 2015 yang telah memberikan dukungan dan keceriaannya selama ini;
13. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu yang telah membantu penulis dalam proses penyelesaian skripsi ini.

Bandar Lampung, November 2019
Penulis,

Mia Milanti

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xv
I. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan	2
1.3 Rumusan Masalah	2
1.4 Kerangka Pemikiran.....	3
1.5 Hipotesis	6
II. TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Dinamika Cu dalam Tanah	7
2.2 Teknik Analisis Cu dalam Tanah.....	9
2.2.1 Logam berat terlarut	10
2.2.2 Logam berat ionik bebas	11
2.2.3 Logam berat dapat dipertukarkan	12
2.2.4 Logam berat yang tersedia bagi tanaman	13
2.2.5 Unsur total logam berat.....	14
2.3 Teknik DTPA untuk Analisis Cu Tanah.....	14
2.4 Teknik Analisis Cu Untuk Tanah Asam	15
III. BAHAN DAN METODE	17
3.1 Waktu dan Tempat.....	17
3.2 Alat dan Bahan.....	17
3.3 Metode Penelitian	18

3.4 Sejarah Lahan Percobaan	21
3.5 Pelaksanaan Penelitian	22
3.5.1 Pengambilan contoh tanah	22
3.5.2 Analisis tanah.....	23
3.6 Analisis Data	26
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	27
4.1 Sifat Pengekstrak Cu	27
4.2 Kekuatan Jenis Pengekstrak untuk Mengetahui Kadar Cu dalam Tanah	29
4.3 Korelasi antarPengekstrak.....	30
4.4 Kurva Korelasi Kadar Cu dalam Tanah.....	31
4.4.1 Kurva korelasi standar DTPA 7,3.....	31
4.4.2 Kurva korelasi standar HCl.....	33
V. SIMPULAN DAN SARAN	35
5.1 Simpulan	35
5.2 Saran	35
DAFTAR PUSTAKA	36
LAMPIRAN.....	39

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Klasifikasi analitik logam berat di lingkungan tanah	5
2. Jenis pengekstrak logam berat	16
3. Hubungan antara pengekstrak dan bentuk Cu dalam tanah.	18
4. Beberapa sifat tanah dan limbah industri lahan percobaan pada tahun 1998	21
5. Reaksi pengekstrak Cu dan hasil ekstraksi Cu tanah percobaan.....	28
6. Kadar Cu terekstrak di masing-masing pengekstrak.....	29
7. Koefisien korelasi (r) antar jenis pengekstrak.....	30
8. Perbaikan koefisien korelasi (r^2) antarpengekstrak pada konsentrasi Cu tanah.....	34
9. Pengukuran kadar air.....	40
10. Data pengukuran Cu dalam tanah	41
11. Pengukuran Cu dalam tanah.....	42
12. Pengukuran pH pengekstrak	43

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Keseimbangan antara bentuk logam berat di lingkungan tanah	8
2. Hubungan antara berbagai bentuk logam berat di lingkungan tanah ...	10
3. Uji korelasi hitotetikal pengekstrak logam berat Cu dengan metode (DTPA).....	19
4. Tata letak lahan percobaan di Sidosari Natar Lampung Selatan	20
5. Hubungan pengekstrak CaCl_2 dengan DTPA pH 7,3	31
6. Hubungan pengekstrak NH_4OAc dengan DTPA pH 7,3	32
7. Hubungan pengekstrak HCl dengan DTPA 7,3	32
8. Hubungan pengekstrak HCl dengan NH_4OAc	33
9. Hubungan pengekstrak HCl dengan HNO_3	33
10. Hubungan pengekstrak DTPA 8,14 dengan DTPA 7,3.	43
11. Hubungan pengekstrak HNO_3 dengan DTPA 7,3.	43
12. Hubungan pengekstrak DTPA 7,3 dengan DTPA 7,3.	44
13. Hubungan pengekstrak DTPA 7,3 dengan DTPA 8,14.	44
14. Hubungan pengekstrak DTPA 8,14 dengan DTPA 8,14.	44
15. Hubungan pengekstrak NH_4OAc dengan DTPA 8,14	45
16. Hubungan pengekstrak CaCl_2 dengan DTPA 8,14.....	45
17. Hubungan pengekstrak HNO_3 dengan DTPA 8,14.	45
18. Hubungan pengekstrak DTPA 7,3 dengan HCl.	46

19. Hubungan pengekstrak DTPA 8,14 dengan HCl.	46
20. Hubungan pengekstrak HCl dengan HCl.	46
21. Hubungan pengekstrak CaCl ₂ dengan HCl.	47
22. Hubungan pengekstrak DTPA 7,3 dengan HNO ₃	47
23. Hubungan pengekstrak DTPA 8,14 dengan HNO ₃	47
24. Hubungan pengekstrak HCl dengan HNO ₃	48
25. Hubungan pengekstrak HNO ₃ dengan HNO ₃	48
26. Hubungan pengekstrak CaCl ₂ dengan HNO ₃	48
27. Hubungan pengekstrak NH ₄ OAc dengan HNO ₃	49
28. Hubungan pengekstrak DTPA 7,3 dengan CaCl ₂	49
29. Hubungan pengekstrak DTPA 8,14 dengan CaCl ₂	49
30. Hubungan pengekstrak HCl dengan CaCl ₂	50
31. Hubungan pengekstrak HNO ₃ dengan CaCl ₂	50
32. Hubungan pengekstrak CaCl ₂ dengan CaCl ₂	50
33. Hubungan pengekstrak NH ₄ OAc dengan CaCl ₂	51
34. Hubungan pengekstrak DTPA 7,3 dengan NH ₄ OAc	51
35. Hubungan pengekstrak DTPA 8,14 dengan NH ₄ OAc	51
36. Hubungan pengekstrak HCl dengan NH ₄ OAc	52
37. Hubungan pengekstrak HNO ₃ dengan NH ₄ OAc	52
38. Hubungan pengekstrak CaCl ₂ dengan NH ₄ OAc	52
39. Hubungan pengekstrak NH ₄ OAc dengan NH ₄ OAc.....	53

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Untuk mengetahui tingkat mobilitas, toksisitas dan reaktivitas logam berat dalam tanah perlu teknik analisis yang handal. Analisis logam berat, termasuk untuk Cu, terdiri dari logam berat yang tersedia bagi tanaman, logam berat yang dapat dipertukarkan, logam berat terlarut, logam berat ionik bebas, dan logam berat total. Setiap jenis fraksi labil logam berat ini dapat menunjukkan ketersediaan logam berat terhadap tanaman.

Untuk mengetahui ketersediaan Cu, pada saat ini umumnya digunakan metode DTPA pH 7,30. Metode ini menggunakan larutan pengekstrak DTPA pH 7,30 yang dibuat dengan melarutkan 0,005M DTPA, 0,01 M CaCl_2 , dan 0,01 M *triethanolamine* (TEA) dengan pH yang disangga pada angka 7,30. Untuk melakukan analisis, 10 g contoh tanah kering-udara dikocok dengan 20 mL larutan pengekstrak DTPA pH 7,30 selama 2 jam dan ekstraknya dipisahkan dengan disentrifugasi dan/atau disaring untuk mendapatkan fase larutan. Konsentrasi logam berat kemudian diukur menggunakan nyala api AAS. Metode ini ditemukan dalam Baker dan Amacher (1982). Seperti yang diekstraksi oleh CaCl_2 dan Mehlich-1, konsentrasi logam berat yang diekstraksi dari tanah oleh

DTPA umumnya berkorelasi baik dengan konsentrasi logam berat pada tanaman (Sukkariyah et al., 2005).

Pada tahun 1984 Amerika Serikat mulai menerapkan metode diatas untuk mengekstrak semua unsur hara makro dan unsur mikro tersedia dalam tanah, dengan karakteristik tanah mempunyai pH masam sampai netral, kapasitas tukar kation (KTK) 2-35 cmol(+)/kg, dan tekstur tanah pasir, lempung berpasir, lempung, lempung liat berdebu, atau tanah organik. DTPA mampu meningkatkan kemampuan mengekstrak air dalam tanah. Kekurangan dari metode ekstraksi adalah biaya analisis yang digunakan mahal (Al-Jabri, 2007).

Namun, teknik analisis logam berat yang selama ini digunakan (metode DTPA pH 7,30) dikembangkan untuk tanah alkalin yang memiliki pH tinggi (Baker dan Amacher, 1982). Metode ini tidak tepat digunakan untuk tanah di Indonesia yang umumnya bersifat asam. Untuk itu, perlu dikembangkan teknik analisis lain yang lebih akurat untuk tanah asam.

1.2 Tujuan

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk mengembangkan teknik analisis kadar tembaga (Cu) dalam tanah tropika yang bersifat masam.

1.3 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut: Apakah dapat dikembangkan teknik analisis kadar tembaga (Cu) dalam tanah tropika yang bersifat masam?

1.4 Kerangka Pemikiran

Logam berat Fe, Cu, Mn dan Zn merupakan unsur hara mikro yang diperlukan tumbuhan, namun dalam jumlah banyak logam ini beracun. Sifat racun ini pada tanah muncul terutama bila logam tersebut telah terakumulasi melebihi batas kritis dalam tanah. Beberapa logam berat sejatinya adalah unsur penting yang dibutuhkan setiap makhluk hidup. Logam berat yang esensial seperti Cu, Se, Fe, dan Zn penting untuk menjaga metabolisme tubuh manusia dalam jumlah yang tidak berlebihan (Arsentina, 2008). Untuk itu perlu dilakukan uji tanah yang lebih baik untuk mendeteksi kadar logam berat dalam tanah.

Suatu uji tanah secara kimiawi harus dirancang untuk memungkinkan perkiraan jumlah unsur hara yang berhubungan dengan fraksi pertukaran kation dalam kondisi tertentu yang diharapkan juga mampu memperkirakan unsur hara yang berhubungan dengan dekomposisi bahan organik dan pelapukan mineral. Beberapa macam larutan pengestrak telah banyak digunakan dalam rangka untuk mengorelasikan hasil uji tanah dengan pertumbuhan tanaman. Tetapi perlu disadari bahwa larutan pengestrak berkontak dengan tanah hanya beberapa menit, sedangkan tanaman menyerap hara dari tanah selama musim pertumbuhannya.

Menurut Bray (1948), tingkat kehandalan metode ekstraksi ditentukan oleh tiga hal, yaitu (i) harus mampu mengestrak semua atau sebagian bentuk unsur hara tersedia dalam tanah yang cirinya berbeda-beda, (ii) prosedur ekstraksinya harus cepat dan akurat, (iii) jumlah unsur hara yang terekstrak harus berkorelasi dengan

pertumbuhan dan tanggapan tanaman terhadap unsur hara yang terkait pada berbagai kondisi.

Hal tersebut juga berlaku untuk analisis logam berat. Selama ini logam berat Pb, Zn, Cd dan Cu diekstraksi menggunakan metode larutan DTPA disangga pada pH 7,3 (Baker dan Amacher, 1982). Total (*diethylene triamine pentaacetic acid*) (DTPA) Pb, Zn, Cd dan Cu ditentukan menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) setelah ekstraksi DTPA (1,976 g DTPA, 14:29 g *triethanolamine*, 1,47 g $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dilarutkan dalam 980 ml aquades, dan dibuat hingga 1L dengan pH 7,30) (Lindsay dan Norvell, 1978). Metode ini banyak digunakan untuk analisis rutin. Namun sebenarnya metode ini dikembangkan untuk tanah alkalin, bukan untuk tanah asam. Untuk tanah asam, sebaiknya digunakan metode baru yang dikembangkan untuk tanah asam.

Untuk menganalisis logam berat di tanah harus difahami hubungan antara berbagai bentuk logam berat termasuk kation logam berat bebas, kompleks logam berat, khelat logam berat, logam berat yang dapat dipertukarkan (logam berat teradsorpsi), endapan logam berat, logam berat struktural organik, dan logam berat mineral struktural. Hubungan berbagai bentuk logam berat menunjukkan bahwa bentuk logam dapat diklasifikasikan secara analitik setidaknya sebagai: (1) logam berat terlarut, (2) logam berat ionik bebas, (3) logam berat dapat dipertukarkan, (4) logam berat yang tersedia tumbuhan, dan (5) logam berat total. Setiap klasifikasi analitik ini mencakup berbagai bentuk logam berat di dalam tanah (Tabel 1) (Salam, 2017). Bentuk-bentuk logam berat ini hanya dapat diekstrak dengan pengestrak tertentu.

Tabel 1. Klasifikasi analitik logam berat di lingkungan tanah.

No.	Klasifikasi Analitik	Termasuk Bentuk Logam Berat
1	Logam Berat Terlarut	Kation Bebas, Kompleks, Khelat
2	Kation Logam Berat Bebas	Kation Bebas
3	Kation Logam Berat Dapat Dipertukarkan	Kation yang Dapat Dipertukarkan
4	Logam Berat Tersedia bagi Tanaman	Kation Bebas, Kompleks, Khelat, Endapan, Bahan Organik dan Mineral
5	Unsur Total Logam Berat	Semua bentuk Logam Berat

(Salam, 2017).

Untuk mengekstrak logam terlarut dapat digunakan air murni, untuk logam berat terjerap dapat digunakan garam yang mengandung kation seperti Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} , NH_4^+ , dll. Sedangkan untuk logam struktural dapat digunakan pengestrak asam, karena salah satu faktor yang mempengaruhi kelarutan Cu dan Zn adalah pH tanah (Salam, 1997). Kondisi pH yang cenderung masam ($\text{pH} < 7$) menyebabkan kelarutan logam berat di dalam tanah relatif tinggi. Kondisi pH tanah yang rendah menggambarkan tingginya ion H^+ yang berada di larutan tanah. Ion H^+ mampu berikatan lebih kuat dengan muatan negatif tanah sehingga dapat mengusir kation-kation logam berat dari kompleks jerapan atau menghancurkan atau melarutkan endapan mineral sekunder atau bahkan mineral primer. Akhirnya, logam berat dapat terlepas ke larutan tanah (Alloway, 2005). Untuk meningkatkan keterekstrakan logam berat selain dengan menggunakan pH rendah, dapat juga digunakan khelat seperti EDTA dan DTPA untuk mengekstrak lebih banyak kation logam berat dari kompleks jerapan atau mineral.

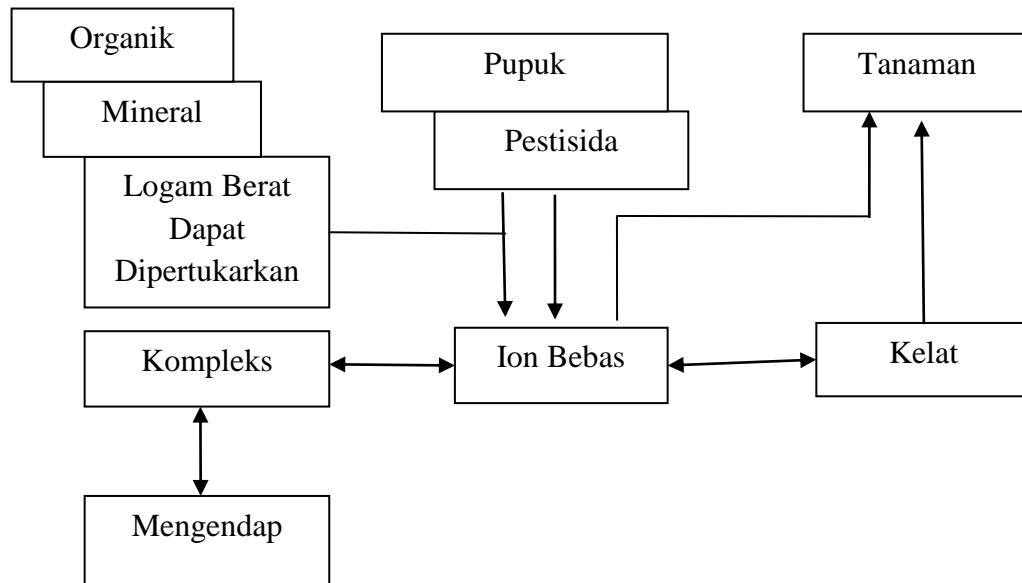
1.5 Hipotesis

Berdasarkan kerangka pemikiran yang disajikan, maka hipotesis dari penelitian ini yaitu teknik analisis untuk tanah asam dapat dibuat dengan pengekstrak selain DTPA yang dapat berkorelasi tinggi dengan metode DTPA.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Dinamika Cu dalam Tanah

Bentuk ionik bebas logam berat dalam sistem air tanah adalah pusat dari dinamika logam berat. Fenomena ini disebabkan oleh beberapa alasan: (a) ketersediaan unsur logam berat untuk penyerapan akar tanaman dan toksisitas logam berat terkait dengan bentuk ion bebas (Allen et al., 1980; Checkai et al., 1987a; 1987b; Hernandez-Soriano et al., 2012), (b) laju pergerakan logam berat dan pencucian dalam sistem tanah terkait dengan bentuk ion bebas, (c) semua mekanisme kimia mengendalikan kelarutan logam berat (kompleks-dekompleksasi), khelat-dekhelatisasi, presipitasi-pelarutan, dan proses adsorpsi-desorpsi) dalam sistem air tanah juga terkait dengan bentuk ion bebas (Bowman dan O'Connors, 1982; Sanders, 1982; Salam dan Helmke, 1998; Hernandez-Soriano et al., 2012). Keseimbangan yang ada antara berbagai bentuk logam berat di lingkungan tanah ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Keseimbangan antara bentuk logam berat di lingkungan tanah (Salam, 2017).

Keseimbangan dinamik pada Gambar 1 berarti bahwa bila konsentrasi logam berat ionik bebas dalam air tanah diturunkan oleh beberapa mekanisme seperti penyerapan akar tanaman atau pencucian, logam berat dalam kompleks, khelat, logam berat dapat dipertukarkan, atau endapan akan dilepaskan ke mengompensasi konstanta kesetimbangan masing-masing melalui proses kesetimbangan. Di sisi lain, jika konsentrasi logam berat ionik bebas dalam air tanah cukup tinggi karena penambahan eksternal seperti aplikasi limbah dan pupuk, sebagian dari logam berat ionik bebas akan menjadi kompleks, khelat, logam berat dapat dipertukarkan, atau diendapkan, tergantung pada kondisi yang berkaitan untuk mencapai nilai keseimbangan baru. Melalui proses-proses ini, logam-logam berat dalam kompos, khelat, logam berat yang dapat dipertukarkan, dan/atau endapan akan menyangga konsentrasi logam-logam berat ionik bebas berdasarkan pada prinsip-prinsip kesetimbangan (Lindsay, 1979).

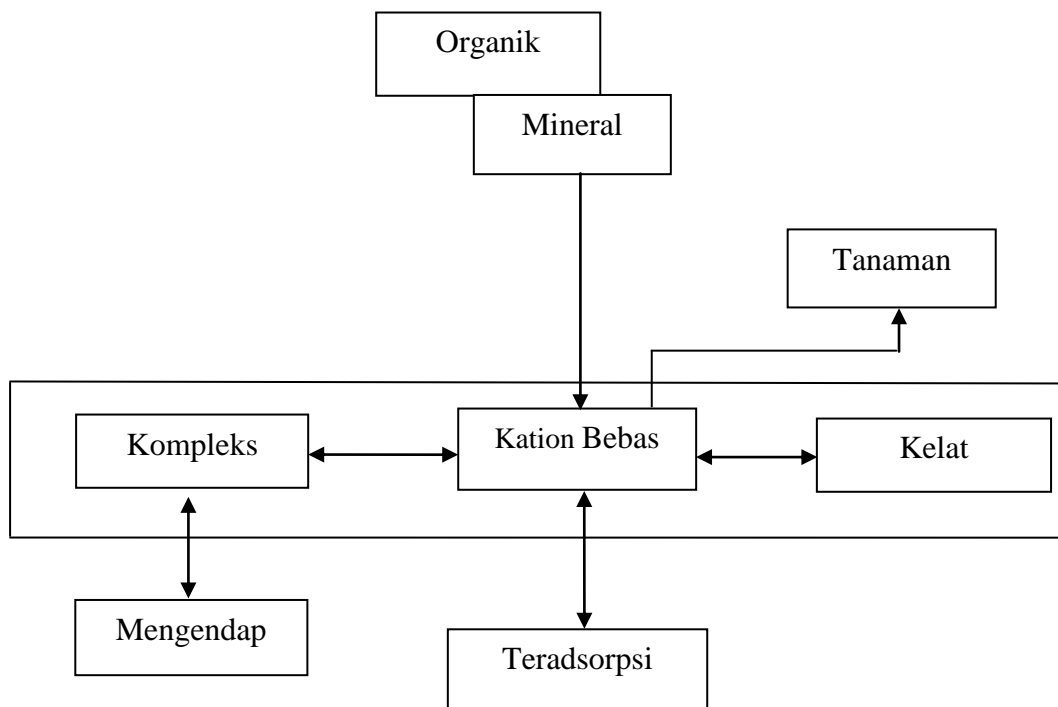
Pada saat tertentu logam berat dapat mengendap. Salam (2017) menerangkan bahwa pengendapan logam berat dipengaruhi oleh kehadiran agen pengompleks dan kation-kation pesaing yang dikendalikan oleh nilai konstanta kesetimbangan (K_{sp}). Selama konsentrasi logam berat belum memenuhi K_{sp} , maka kondisinya tetap larut. Nilai K_{sp} dapat terpenuhi seiring meningkatnya konsentrasi logam berat dalam larutan tanah. Maka semakin tinggi konsentrasi logam berat di dalam tanah, potensi dan jumlah logam yang dapat terlarut semakin tinggi.

Ditunjukkan oleh beberapa peneliti bahwa proses kompleksasi, khelat, presipitasi, atau adsorpsi meningkat dengan meningkatnya pH tanah. Kapasitas adsorpsi tanah meningkat dengan meningkatnya pH tanah karena ionisasi H^+ dari berbagai gugus fungsional tanah, baik organik dan anorganik dan, dengan demikian, kapasitas penahanan padatan tanah terhadap kation logam berat juga meningkat. Dengan proses ini, konsentrasi logam berat dalam air tanah berkurang dengan meningkatnya pH tanah (Workman dan Lindsay, 1990; El-Falaky et al., 1991; Salam dan Helmke, 1998). Beberapa peneliti tanah lain juga percaya bahwa presipitasi logam berat penting pada pH tanah yang tinggi. Pengendapan logam berat dapat meningkat pada pH tinggi dengan konsentrasi logam berat yang tinggi, terutama jika konsentrasi zat pengendap seperti karbonat dan ion sulfat dalam air tanah tinggi (Singh dan Sekhon, 1977; Brummer et al., 1983).

2.2 Analisis Tembaga dalam Tanah

Untuk menganalisis logam berat di lingkungan tanah harus difahami hubungan antara berbagai bentuk logam berat termasuk kation logam berat bebas, kompleks logam berat, khelat logam berat, logam berat yang dapat dipertukarkan (logam

berat teradsorpsi), endapan logam berat, logam berat struktural organik, dan logam berat mineral struktural. Hubungan berbagai bentuk logam berat ini digambarkan pada Gambar 2. Gambar 2. menunjukkan bahwa bentuk logam secara analitik setidaknya dapat diklasifikasikan sebagai: (1) Logam Berat Terlarut, (2) Logam Berat Ionik Bebas, (3) Logam Berat Dapat Dipertukarkan, (4) Logam Berat yang Tersedia bagi Tumbuhan, dan (5) Total Logam Berat Unsur Logam . Setiap klasifikasi analitis ini mencakup berbagai bentuk logam berat di dalam tanah.



Gambar 2. Hubungan antara berbagai bentuk logam berat di lingkungan tanah (Salam,2017).

2.2.1 Logam Berat Terlarut

Logam berat terlarut termasuk yang larut dalam air tanah, yaitu kation logam berat bebas, kompleks logam berat, dan khelat logam. Karena keberadaannya di air tanah, logam-logam berat ini bergerak, mudah diangkut dalam tubuh tanah, dan

diserap oleh akar tanaman. Total logam berat terlarut dalam tanah adalah ukuran yang sangat baik tidak hanya untuk ketersediaan logam berat bagi tanaman tetapi juga dampak dan toksisitasnya di lingkungan tanah. Oleh karena itu, peubah ini layak diukur untuk membuat interpretasi yang lebih baik tentang dampak logam berat terhadap lingkungan. Metode untuk mengekstraksi dan mengukur total logam berat terlarut adalah hal yang paling penting. Karena mengandung bentuk-bentuk yang larut dalam air tanah, metode untuk mengekstraksi logam berat terlarut adalah semudah mengekstraksi air tanah yang mengisi semua pori-pori tanah.

Total logam berat terlarut dalam air tanah sebenarnya mengandung tiga bentuk logam berat terlarut yang berbeda, yaitu kation logam berat bebas, kompleks logam berat, dan khelat logam berat. Jumlah masing-masing logam berat terlarut ini bermacam-macam, tetapi tidak seperti kation utama seperti Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , dan Mg^{2+} , kation logam berat bebas pada umumnya terdiri dari bagian yang lebih kecil dari total logam berat terlarut. Jumlah Zn^{2+} dilaporkan sekitar 40% dari totalnya, sedangkan Cu^{2+} terdiri sekitar 2% dari totalnya (Ellis dan Knezek, 1982).

2.2.2 Logam Berat Ionik Bebas

Logam berat ionik bebas dalam larutan tanah memainkan peran sentral dalam kimia logam berat di lingkungan tanah. Seperti yang disebutkan sebelumnya, logam berat ionik bebas berhubungan dengan reaktivitas logam berat dan toksisitas terhadap makhluk hidup (Checkai et al., 1987a; 1987b). Metode ini relatif sensitif, bebas dari gangguan, dan tidak mengganggu keseimbangan air

tanah. Oleh karena itu, analisis konsentrasi logam berat ion bebas sangat penting. Namun, analisis ini sedang dalam penelitian dan pengembangan.

2.2.3 Logam Berat Dapat Dipertukarkan

Kation logam berat yang dapat dipertukarkan tidak dalam air tanah tetapi menempel pada padatan tanah. Meskipun tidak termasuk dalam bentuk terlarut, bentuk logam berat ini mudah dilakukan dengan melepaskan kation dari permukaan padat ke dalam air tanah. Pelepasan kation logam berat bebas dari fase padat dikendalikan oleh pertukaran ion. Jumlah kation yang dapat ditukar dikendalikan oleh konsentrasi logam berat terlarut dalam air tanah. Ketika konsentrasi kation logam berat di lingkungan tanah tinggi maka konsentrasi logam berat teradsorpsi tinggi karena bagian-bagian logam berat terlarut diadsorpsi oleh padatan tanah sebagai logam berat yang dapat dipertukarkan. Sebaliknya, ketika logam berat terlarut dalam air tanah lebih rendah, logam berat yang dapat dipertukarkan dapat melepaskannya ke dalam larutan tanah untuk mencapai kesetimbangan konstan. Ini menunjukkan bahwa jumlah kation yang dapat dipertukarkan sangat penting dalam pengelolaan logam berat di lingkungan tanah. Jumlah logam berat yang dapat dipertukarkan kemudian sangat penting untuk diukur secara akurat.

Untuk mengukur logam berat yang dapat dipertukarkan, prinsip pertukaran kation digunakan. Sejumlah besar larutan garam yang mengandung kation tertentu ditambahkan ke sejumlah sampel tanah yang diketahui. Beberapa kation tertentu yang umum adalah NH_4^+ , Na^+ , Ca^{2+} , dan Ba^{2+} dan mengandung berbagai garam seperti NH_4OAc , NaNO_3 , $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, dan BaCl_2 . Setelah kesetimbangan melalui

pengocokan untuk rentang waktu tertentu, air tanah disaring dan supernatan dianalisis untuk logam-logam berat. Jumlah logam berat dalam air tanah yang diekstraksi dianggap sebagai logam berat yang dapat ditukar tanah. Maiz et al. (2000) menggunakan 0,01 M CaCl_2 untuk mengukur logam berat yang dapat dipertukarkan tanah yang dalam istilahnya disebut sebagai mobile Cu, Cd, Zn, dan Pb.

2.2.4 Logam Berat yang Tersedia bagi Tanaman

Analisis logam berat tanaman yang tersedia harus menggunakan ekstraktan yang berhasil dalam mengekstraksi berbagai bentuk logam berat di lingkungan tanah. Untuk mencapai hal ini, ekstraktan terbaik harus dikembangkan melalui beberapa langkah yang memerlukan beberapa penelitian eksperimental. Ekstraktan tanaman yang baik harus melalui tiga langkah sebelum berhasil digunakan untuk analisis rutin yaitu (1) pengembangan ekstraktan, (2) studi korelasi, dan (3) uji kalibrasi. Pengembangan ekstraktan dilakukan di laboratorium menggunakan sampel tanah yang dikumpulkan dari berbagai wilayah. Studi korelasi biasanya dilakukan di rumah kaca menggunakan beberapa contoh tanah terpilih yang dikumpulkan dari satu atau beberapa wilayah, dan uji kalibrasi dilakukan di lapangan dalam kondisi lapangan. Ekstraktan yang baik sebagai hasil dari studi korelasi harus diuji dalam studi kalibrasi dalam kondisi lapangan untuk mengembangkan kurva kalibrasi.

Analisis logam berat tanaman yang tersedia juga dapat melibatkan penghelatan logam berat dalam sistem tanah. Penghelatan biasanya dilakukan dengan menggunakan *Ethylene Diamine Di-(o-hydroxyphulacetic) Acid* (EDDHA), *Ethylene Diamine Tetraacetic Acid* (EDTA), dan *Diethylene Triamine Pentaacetic*

Acid (DTPA). Metode umum yang tersedia dalam literatur yang digunakan untuk analisis logam berat tanaman yang tersedia adalah metode DTPA (Baker dan Amacher, 1982).

2.2.5 Unsur Total Logam Berat

Analisis total logam berat dapat mencakup semua bentuk logam berat dalam sistem tanah. Oleh karena itu, analisis harus melibatkan zat kimia yang melarutkan semua unsur logam berat dalam air tanah dan padatan tanah ke dalam bentuk yang larut. Ini dapat dilakukan dengan metode yang dilaporkan oleh Lim dan Jackson (1982). Konsentrasi total unsur kemudian diukur menggunakan nyala api AAS.

2.3 Teknik DTPA untuk Analisis Cu Tanah

Teknik analisis Cu selama ini menggunakan DTPA yang dikembangkan pada tanah alkalin (Baker dan Amacher 1982). Metode DTPA dilakukan dengan menggunakan pengestrak DTPA yang dibuat dengan melarutkan 0,005M DTPA, 0,01 M CaCl_2 , dan 0,01 M triethanolamine (TEA) dalam pH yang disangga pada pH 7,30. Untuk melakukan analisis, 10 g sampel tanah kering-udara dikocok dengan 20 mL larutan ekstraksi DTPA selama 2 jam dan disentrifugasi dan/atau disaring untuk mendapatkan fase larutan. Konsentrasi logam berat kemudian diukur menggunakan nyala api AAS. Metode ini ditemukan dalam Baker dan Amacher (1982). Seperti yang diekstraksi oleh CaCl_2 dan Mehlich-1, konsentrasi logam berat yang diekstraksi dari tanah oleh DTPA berkorelasi baik dengan konsentrasi logam berat pada tanaman (Sukkariyah et al., 2005).

Teknik analisis kadar Cu dilakukan menggunakan *Flame AAS*. AAS merupakan suatu metode analisis untuk menentukan konsentrasi suatu sampel unsur logam yang memiliki ketelitian, ketepatan dan selektivitas tinggi. *Atomic Absorption Spectrophotometry* merupakan metode yang sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah (Khopkar, 1990).

Analisis dengan AAS dibedakan menjadi dua, yaitu Analisis Kualitatif dan Analisis Kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan dengan mengamati ada atau tidaknya serapan (absorbansi) dalam sampel. Jika terdapat serapan maka menunjukkan adanya logam yang dianalisis dalam sampel tersebut. Analisis Kuantitatif dapat ditentukan dengan menggunakan kurva larutan standar berdasarkan persamaan Lambert Beer, yaitu dengan kurva kalibrasi larutan standar dibuat dengan mengamati serapan masing-masing konsentrasi larutan standar. Kemudian dibuat grafik hubungan konsentrasi larutan standar sebagai absis (X) dan serapan sebagai ordinat (Y) (Sumar dkk., 1994).

2.4 Teknik Analisis untuk Tanah Asam

Pengembangan teknik analisis logam berat pada tanah asam dapat dilakukan menggunakan beberapa jenis pengekstrak logam berat. Hasilnya akan dibandingkan dengan metode standar DTPA (Baker dan Amacher, 1982). Pengekstrak tersebut disajikan pada Tabel 2. Pengekstrak ini diharapkan dapat mengekstrak logam berat larut dan logam berat dapat dipertukarkan dan/atau logam berat dalam bahan organik atau mineral.

Tabel 2. Jenis pengekstrak logam berat yang digunakan dalam penelitian.

Jenis Pengekstrak	Komposisi	Rujukan
(A) Metode standar (DTPA)	0,005 M DTPA (pH disangga 7,30)	(Baker dan Amacher, 1982).
(B) DTPA	0,005 M DTPA (pH tidak disangga)	
(C) HNO ₃	1 N HNO ₃	
(D) HCl	1 N HCl	
(E) NH ₄ OAc	1 N NH ₄ OAc pH 7	
(F) CaCl ₂	1 M CaCl ₂	

Teknik analisis kadar tembaga dalam tanah asam dilakukan menggunakan *Flame AAS*. *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) merupakan suatu alat analisis untuk menentukan konsentrasi suatu sampel unsur logam yang memiliki ketelitian, ketepatan dan selektivitas tinggi. AAS merupakan alat yang sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah (Khopkar, 1990).

III. BAHAN DAN METODE

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan dari April sampai Juli 2019. Contoh tanah diambil dari petak percobaan yang terletak di Desa Sidosari Kecamatan Natar, Lampung Selatan. Analisis tanah dilaksanakan di Laboratorium Ilmu Tanah, Fakultas Pertanian, Universitas Lampung.

3.2 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu bor tanah (Belgie), pisau lapang, mortar, kantung plastik, kantung kertas, kertas label, alat tulis, botol kocok, botol film, neraca analitik, kertas saring Whatman No. 42, labu takar, gelas ukur, pipet tetes, spatula, tabung reaksi, mesin kocok, magnetic stirrer, pH meter, ayakan, dan *Flame Atomic Absorption Spectrophotometry (Flame AAS)*.

Bahan yang digunakan yaitu contoh tanah, aquades, larutan HCl, larutan pengestrak *diethylene triamine pentaacetic acid (DTPA)*, TEA (*trietanolamine*), larutan NH₄OAc, larutan pengestrak CaCl₂, larutan pengestrak HNO₃, dan larutan standar logam Cu.

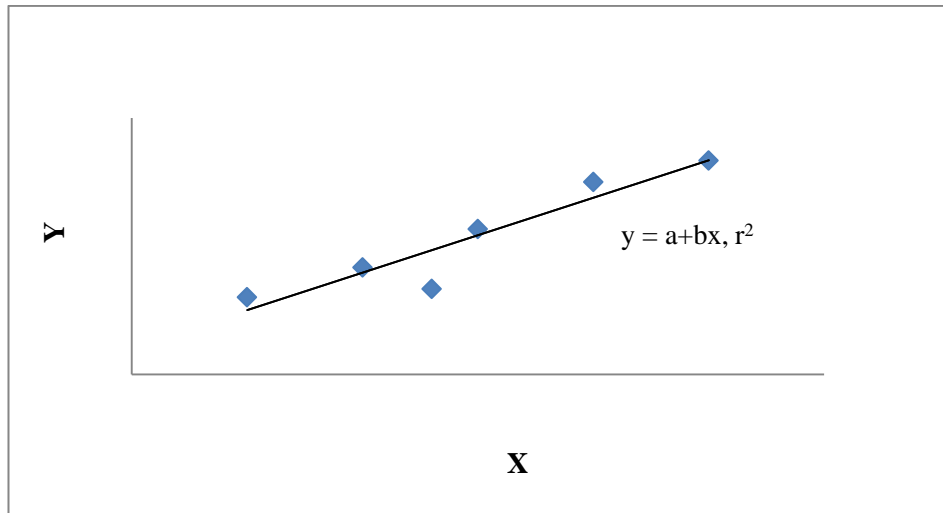
3.3 Metode Penelitian

Keakuratan suatu teknik analisis ditentukan salah satunya oleh jenis pengekstrak yang digunakan. Penelitian ini dilakukan menggunakan beberapa jenis pengekstrak logam berat. Hasilnya dibandingkan dengan metode standar DTPA (Baker dan Amacher, 1982). Pengekstrak tersebut disajikan sebelumnya pada Tabel 2. Hubungan pengekstrak dengan bentuk-bentuk Cu di dalam tanah disajikan pada Gambar 1. Bentuk-bentuk Cu dalam tanah yang dapat terekstrak dalam masing-masing pengekstrak disajikan pada Tabel 3.

Hasil pengukuran dengan pengekstrak tersebut diuji korelasi dengan pengekstrak standar (DTPA) dengan grafik seperti pada Gambar 3. Hasil analisis dengan metode standar (DTPA) diletakkan pada sumbu X dan hasil analisis dengan metode lain diletakkan pada sumbu Y. Korelasi antarpengekstrak non-DTPA juga diteliti.

Tabel 3. Hubungan antara pengekstrak dan bentuk Cu dalam tanah.

pH Tanah	Bentuk Cu	Pengekstrak
Alkalin	Cu(OH) ₂	0,005 M DTPA (pH Disangga)
	Cu(CO ₃)	0,005 M DTPA (pH Tidak Disangga)
Netral	Cu-dd Tinggi Cu-Larut Rendah	1 M CaCl ₂
Asam	Cu-P	1 N HCl (pH Rendah)
	Cu-dd Rendah	1 N HCl (pH Sangat Rendah)
	Cu-Larut Tinggi	1 N HNO ₃ (pH Sangat Rendah)



Gambar 3. Uji korelasi hipotetikal pengestrak logam berat Cu dengan metode (DTPA pH 7,30) (Y = hasil analisis dengan metode yang diteliti, X = hasil analisis dengan metode DTPA pH 7,30, a = intersep dan b adalah kemiringan garis regresi).

Untuk menguji teknik analisis Cu, digunakan contoh tanah dengan rentang konsentrasi Cu rendah sampai tinggi. Contoh tanah tersebut diambil dari petak percobaan yang telah diperlakukan dengan limbah industri 21 tahun yang lalu (1998). Percobaan tersebut disusun dengan menggunakan Rancangan Acak Kelompok faktorial (RAK faktorial) dengan 3 faktor dan 3 kelompok

Faktor pertama adalah takaran limbah, yaitu

(L₀) = Limbah 0 Mg ha⁻¹

(L₁) = Limbah 15 Mg ha⁻¹

(L₂) = Limbah 60 Mg ha⁻¹

Faktor kedua adalah takaran kompos daun singkong, yaitu:

(B₀) = Kompos daun singkong 0 Mg ha⁻¹

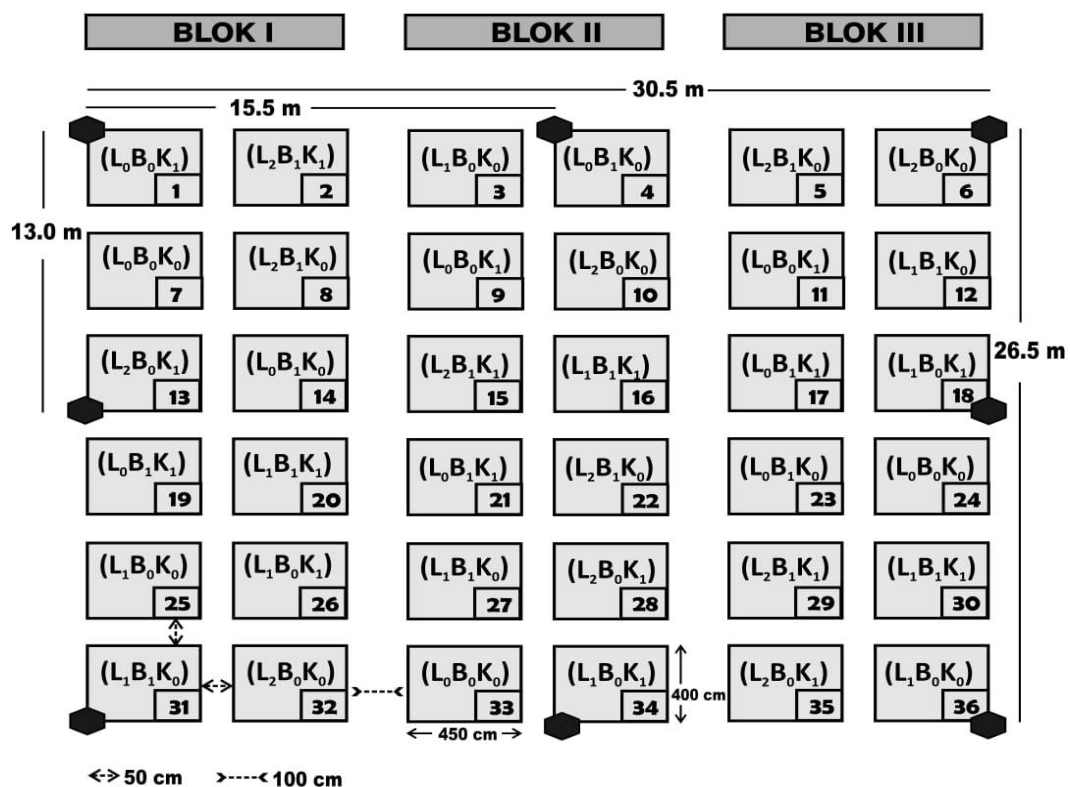
(B₁) = Kompos daun singkong 5 Mg ha⁻¹

Faktor ketiga adalah takaran kapur, yaitu:

$$(K_0) = \text{Kapur } 0 \text{ Mg ha}^{-1}$$

$$(K_1) = \text{Kapur } 5 \text{ Mg ha}^{-1}$$

Semua faktor tersebut dikombinasikan ($3 \times 2 \times 2$) sehingga terdapat 12 perlakuan dan masing-masing perlakuan diulang sebanyak 3 kali sehingga terdapat 36 satuan percobaan dengan setiap satuan percobaan berupa petak dengan ukuran 4,5 m x 4 m, jarak antarpetak 0,5 m, dan jarak antarkelompok 1 m. Tata letak disajikan pada Gambar 4. Contoh tanah tersebut telah mengandung Cu dari konsentrasi rendah sampai tinggi (Fernando, 2018). Tanah ini diharapkan mampu memenuhi rentang konsentrasi Cu yang dibutuhkan untuk pengembangan teknik analisis Cu.



Gambar 4. Tata letak lahan percobaan di Sidosari Natar Lampung Selatan yang telah dibuat sejak tahun 1998. (L = Limbah industri, L₀ = 0, L₁ = 15, dan L₂ = 60 Mg ha⁻¹; B = Kompos daun singkong, B₀ = 0 dan B₁ = 5 Mg ha⁻¹; K = Kapur, K₀ = 0 dan K₁ = 5 Mg ha⁻¹).

3.4 Sejarah Lahan Percobaan

Lahan penelitian ini terletak di Desa Sidosari Kecamatan Natar, Lampung Selatan pada $5^{\circ}20'14''$ LS dan $105^{\circ}33'35''$ BT (Fernando, 2018). Tanah lahan penelitian berordo Ultisol. Terdapat 3 blok percobaan, masing-masing blok terdiri atas 12 petak percobaan disusun dalam Rancangan Acak Kelompok (RAK) (Gambar 4). Seluruh blok telah diaplikasikan limbah berlogam berat Cu, kapur, dan kompos daun singkong. Lahan diaplikasikan dengan limbah industri sendok logam yang berasal dari PT *Star Metal Ware Industry* di Jakarta. Setiap blok telah diperlakukan dengan limbah 0 Mg ha^{-1} (L_0), 15 Mg ha^{-1} (L_1), dan 60 Mg ha^{-1} (L_2); kompos daun singkong 0 Mg ha^{-1} (B_0), dan 5 Mg ha^{-1} (B_1); serta kapur 0 Mg ha^{-1} (K_0), dan 5 Mg ha^{-1} (K_1) dengan cara disebar dan diolah hingga kedalaman 20 cm pada Juli 1998. Tanaman pertama yang ditanam pada lahan tersebut adalah jagung kemudian padi gogo, kemudian singkong, dan kacang tanah secara bergantian serta diselingi dengan masa bera. Beberapa sifat tanah lahan percobaan dan limbah industri disajikan pada Tabel 4.

Tabel 4. Beberapa sifat tanah dan limbah industri lahan percobaan pada tahun 1998.

Jenis Analisis	Metode	Tanah	Limbah Industri	
		Fraksi (%):		
Tekstur	Hidrometer	Pasir	41,2	Liat
		Debu	26,0	
		Liat	32,8	
pH	Elektrode pH	5,11	7,3	
C-Organik (g kg^{-1})	Walkey and Black	1,28		
Cu (mg kg^{-1})	DTPA	1,6	754	
Zn (mg kg^{-1})	DTPA	0,13	44,6	

(Salam, 2008; Novriansyah dkk, 2001; Ginanjar, 2009)

3.5 Pelaksanaan Penelitian

3.5.1 Pengambilan dan Persiapan Contoh Tanah

Penelitian diawali dengan pengambilan contoh tanah. Contoh tanah diambil dari lahan percobaan yang dibuat 21 tahun lalu di Desa Sidosari Kecamatan Natar, Lampung Selatan. Contoh tanah diambil dari setiap petak perlakuan. Dari setiap petak diambil pada tiga titik secara diagonal dan dikompositkan. Contoh tanah dikeringudarkan dengan cara memindahkan contoh tanah yang masih lembab ke kantong plastik yang bersih dan ditempatkan di ruangan berventilasi baik.

3.5.2 Analisis Tanah

Analisis tanah dilakukan terhadap contoh tanah kering udara yang telah dihaluskan. Jenis analisis yang dilakukan yaitu kandungan logam Cu. Penetapan kandungan Cu dilakukan beberapa pengekstrak (Tabel 4) menggunakan *Flame* AAS.

3.5.2.1 DTPA disangga pada pH 7,30

Larutan pengekstrak DTPA pH 7,3 disiapkan dengan cara menimbang 1,96 g DTPA dan 14,92 g TEA (*trietanolamine*), dimasukkan ke dalam beaker gelas 1000 ml dan diaduk sampai larut, kemudian sebanyak 1,47 g $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ditambahkan dan diaduk, lalu pH diatur sampai pH 7,3 dengan HCl 6 N. Selanjutnya volume dihimpitkan dengan aquades menjadi 1.000 ml dalam labu ukur. Larutan ini memiliki kepekatan akhir 0,005 M DTPA, 0,1 M TEA, dan 0,1 M CaCl_2 (Sulaeman, dkk., 2005).

Analisis ketersediaan Cu dilakukan dengan pengekstrak DTPA yaitu dengan prosedur kerja sebagai berikut : (1) sebanyak 10 g contoh tanah ditimbang dan dimasukkan dalam botol pegocok, (2) sebanyak 20 ml larutan pengekstrak DTPA ditambahkan ke dalam botol pengocok berisi contoh tanah, (3) tabung pengocok yang berisi campuran contoh tanah dan pengekstrak DTPA dikocok selama 2 jam, (4) suspensi disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman No. 42 untuk memisahkan fase cair, (5) filtrat diukur dengan *Flame* AAS (Sulaeman, dkk., 2005).

3.5.2.2 Pengekstrak DTPA 0,05 M DTPA (pH tidak disangga)

Larutan pengekstrak DTPA pH tidak disangga disiapkan dengan cara menimbang 1,96 g DTPA, dimasukkan ke dalam labu takar 1000 ml berisi 400 ml air dan diaduk sampai larut. Selanjutnya volume dihisap dengan aquades sampai tanda tera. Larutan disimpan dalam botol yang ditutup rapat dan diberi label.

Analisis Cu dengan pengekstrak DTPA 0,05 M DTPA (pH tidak disangga) yaitu dengan prosedur kerja sebagai berikut (1) sebanyak 10 g contoh tanah ditimbang dan dimasukkan ke dalam botol pengocok, (2) sebanyak 20 ml larutan pengekstrak DTPA 0,05 M DTPA (pH tidak disangga) dimasukkan ke dalam botol pengocok berisi contoh tanah, (3) tabung pengocok yang berisi contoh tanah dan pengekstrak DTPA 0,05 M DTPA (pH tidak disangga) dikocok selama 2 jam, (4) filtrat dipisahkan dengan cara menyaring menggunakan kertas saring Whatman No. 42, (5) Cu dalam filtrat dibaca dengan *Flame* AAS.

3.5.2.3 Pengekstrak 1 N HNO₃

Larutan pengestrak 1 N HNO₃ dibuat dengan mengencerkan HNO₃ 69,25 ml pekat dalam labu takar 1000 ml berisi 400 ml aquades, kemudian ditambahkan aquades sampai larut dan dihipitkan sampai tanda tera dengan aquades. Larutan disimpan dalam botol yang ditutup rapat dan diberi label.

Analisis ketersediaan logam Cu dengan pengestrak 1 N HNO₃ yaitu dengan prosedur kerja sebagai berikut (1) sebanyak 10 g contoh tanah ditimbang dan dimasukkan kedalam botol pengocok, (2) sebanyak 20 ml larutan pengestrak 1 N HNO₃ dimasukkan ke dalam botol pengocok berisi contoh tanah, (3) tabung pengocok yang berisi contoh tanah dan pengestrak 1 N HNO₃ dikocok selama 2 jam, (4) filtrat dipisahkan dengan cara menyaring menggunakan kertas saring Whatman No. 42, (5) Cu dalam filtrat hasil saringan di baca dengan *Flame AAS*.

3.5.2.4 Pengekstrak 1 N HCl

Larutan pengestrak 1 N HCl dibuat dengan mengencerkan HCl 83 ml pekat dimasukkan ke dalam labu takar 1000 ml berisi 400 ml air, kemudian ditambahkan aquades dan dihipitkan sampai tanda tera dengan aquades.. Larutan disimpan dalam botol yang ditutup rapat dan diberi label.

Analisis ketersediaan Cu dengan pengestrak HCl yaitu dengan prosedur kerja sebagai berikut (1) sebanyak 10 g contoh tanah ditimbang dan dimasukkan ke dalam botol pengocok, (2) sebanyak 20 ml larutan pengestrak 1 N HCl dimasukkan ke dalam botol pengocok berisi contoh tanah, (3) tabung pengocok yang berisi contoh tanah dan pengestrak HCl dikocok selama 2 jam, (4) filtrat

dipisahkan dengan cara menyaring menggunakan kertas saring Whatman No. 42, (5) Cu dalam filtrat dibaca dengan *Flame AAS*.

3.5.2.5 Pengekstrak 1 N NH_4OAc pH 7

Larutan pengekstrak 1 N NH_4OAc pH 7 dibuat dengan melarutkan sebanyak 77,08 g NH_4OAc ke dalam gelas beaker 500 ml. Setelah pH-nya dihipitkan ke pH 7 dengan 1 N HCl larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 1000 ml, dan dihipitkan sampai tanda tera dengan aquades. Larutan disimpan dalam botol yang ditutup rapat dan diberi label.

Analisis ketersediaan Cu dengan pengekstrak NH_4OAc 1 N pH 7 yaitu dengan prosedur kerja sebagai berikut (1) sebanyak 10 g contoh tanah ditimbang dan dimasukkan ke dalam botol pengocok, (2) sebanyak 20 ml larutan pengestrak NH_4OAc 1 N pH 7 dimasukkan ke dalam botol pengocok berisi contoh tanah, (3) tabung pengocok yang berisi contoh tanah dan pengekstrak NH_4OAc 1 N pH 7 dikocok selama 2 jam, (4) filtrat dipisahkan dengan cara menyaring menggunakan kertas saring whatman No. 42, (5) Cu dalam filtrat dibaca dengan *Flame AAS*.

3.5.2.6 Pengekstrak 1 M CaCl_2

Larutan pengekstrak 1 M CaCl_2 dibuat dengan menimbang 111 gr CaCl_2 dimasukkan ke dalam gelas beaker 500 ml kemudian ditambahkan akuades dan diaduk sampai larut dan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 1000 ml dan dihipitkan sampai tanda tera dengan aquades. Larutan disimpan dalam botol yang ditutup rapat dan diberi label.

Analisis ketersediaan logam Cu dengan pengestrak 1 N CaCl_2 yaitu dengan prosedur kerja sebagai berikut (1) sebanyak 10 g contoh tanah ditimbang dan dimasukkan kedalam botol pengocok, (2) sebanyak 20 ml larutan pengestrak 1 N CaCl_2 dimasukkan ke dalam botol pengocok berisi contoh tanah, (3) tabung pengocok yang berisi contoh tanah dan pengestrak 1 N CaCl_2 dikocok selama 2 jam, (4) filtrat dipisahkan dengan cara menyaring menggunakan kertas saring Whatman No. 42, (5) Cu dalam filtrat dibaca dengan *Flame AAS*.

3.6 Analisis Data

Data hasil penetapan contoh tanah dianalisis secara semi-kuantitatif dengan cara membandingkan data hasil penetapan Cu tanah metode DTPA 7,30 dengan yang metode yang dikembangkan. Hasil analisis data kemudian dibahas secara kualitatif.

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan sebagai berikut.

1. Metode DTPA; N HCl; N HNO₃, N NH₄OAc dan M CaCl₂ berkorelasi dengan metode DTPA 7,3, khususnya pada konsentrasi Cu relatif rendah.
2. Metode M CaCl₂ dapat digunakan terbaik pada konsentrasi Cu <20 mg kg⁻¹ (DTPA 7,3); N NH₄OAc pada Cu <30 mg kg⁻¹ (DTPA 7,3) NHCl pada Cu <20 mg kg⁻¹ (DTPA 7,3) atau <40 mg kg⁻¹ (N NH₄OAc) atau <60 mg kg⁻¹ (NHNO₃).

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lanjutan di seluruh petak percobaan terhadap respon pertumbuhan tanaman dengan tanah percobaan yang telah dilakukan analisis dengan beberapa metode yang dikembangkan untuk mengetahui kadar Cu di dalam tanah percobaan 21 tahun yang lalu.

DAFTAR PUSTAKA

- Allen, H.E., R.H. Hall, and T.D. Brisbin. 1980. Metal Speciation. Effects on aquatic toxicity. *Environ Sci. Technol.*, 14: 221-443.
- Al-Jabri, M. 2008. Kajian Metode Penetapan Kapasitas Tukar Kation Zeolit. Perkebunan IX Medan. PT Perkebunan IX (Persero). Medan.
- Alloway, B.J. 2005. Heavy Metals in Soils. Blackie Academic & Professional. London.
- Baker, D.E. and Amacher, M.C. 1981. The development and interpretation of diagnostic soil testing program. Bulletin 826. The Pennsylvania State University, Agricultural Experiment Station, University Park, Pennsylvania.
- Baker, D.E. and M.C. Amacher. 1982. Nickel, copper, zink, and cadmium. Pp. 323-326. In A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (Ed.). Methods of soil analysis Part 2: Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. SSSA, Inc., Madison.
- Baker, D. E. 1990. Copper. Pp 151-176. In B.J. Alloway (Ed). Heavy Metals in Soils. Blackie. London.
- Bowman, R.S. and G.A. O'Connor. 1982. Control of nickel and strontium sorption by free metal ion activity. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 46: 933-936.
- Bray, S.R., Brwaley, L.R., dan Carron, A.V. 1948. Independent role functions: Evidence from the sport. *Small Group Research*, 33. 644.
- Chekai, R.T., L.L. Hendrickson, R.B. Corey, and P.A. Helmke. 1987a. A method for controlling the activities of free metal, hydrogen, and phosphate ions in hydroponic solutions using ion exchange and chelating resins. *Plant Soil*, 99: 321-334.
- Chekai, R.T., R.B. Corey, and P.A. Helmke. 1987b. Effect of ionic and complexed metal concentrations on plant uptake of cadmium and micronutrient metals from solution. *Plant Soil*, 99: 335-345.

- Ellis, B.G. and B.D. Knezek. 1982. Adsorption reactions of micronutrients in soils. pp. 57-78. In J.J. Mortvedt, P.M. Giordano, and W.L. Lindsay (Eds.). *Micronutrients in Agriculture*. SSSA, Inc., Madison.
- Fernando, N. 2018. Translokasi Logam Cu dan Zn dalam Tanah Ultisol 20 Tahun Setelah Perlakuan dengan Limbah Industri dan Kapur. *Skripsi*. Fakultas Pertanian Universitas Lampung. Bandar Lampung. 68 hlm.
- Ginanjjar, K. 2009. Fraksi Labil Tembaga dan Seng dalam Tanah Pada 10 Tahun Setelah Perlakuan dengan Limbah Industri. *Skripsi*. Fakultas Pertanian Universitas Lampung. Bandar Lampung. 68 hlm.
- Hanafiah, K. A. 2005. *Biologi Tanah, Ekologi dan Makrobiologi Tanah*. Raja Grafindo Persada. Jakarta.
- Helmke, P. A., A.K. Salam. dan Y. Li. 1995. Measurement and behavior of indigenous levels of the free, hydrated cations of Cu, Zn, and Cd in the soil-water system. Third Int. Conf. Biogeochem. Trace Elements. Paris, 15-19 May 1995.
- Hernandez-Soriano, M.C., F. Degryse, E. Lombi, and E. Smolders. 2012. Manganese toxicity in barley is controlled by solution manganese and soil manganese speciation. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 76:399-407.
- Khopkar, S. M. (1990). *Basic Concepts of Analytical Chemistry (Konsep Dasar Kimia Analitik)*. Penerjemah: A. Saptorahardja. UI-Press. Jakarta.
- Lindsay, W.L., Norvell, W.A. 1976. Development of a DTPA test for zinc, iron, manganese, and copper. *Soil Sci. of American Journal*. 1978:42: 421-428.
- Lindsay, W.L. 1979. *Chemical Equilibria in Soils*. John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Lim, C.H., M.L. Jackson and T. Higashi. . 1982. Intercalation of Soils Clays with dimethylsulfoxide. *Soil Sci Soc Am. J.* 43: 433-436.
- Maiz, I., I. Arambarri, R. Garcia, and E. Millan. 2000. Evaluation on heavy metal availability in polluted soils by two sequential extraction procedure using factor analysis. *Environ. Pollut.*, 110: 3-9.
- Novpriansyah, H., D. C. Pramono, dan A. K. Salam. 2001. Ketersediaan Unsur Hara Makro dan Mikro pada Tanah Ultisol Sungkai Utara yang diperlakukan Pupuk Berbahan Baku Limbah Industri Sendok Logam, Kapur dan Gambut. *J. Tanah Trop.* 13:51-58.
- Salam, A.K., S. Djuniwati, Sarno, N. Sriyani, H. Novriansyah, A. Septiana, dan H.D. Putera. 1997. The DTPA-extractable heavy metals in tropical soils treated with lime materials. *Indon. J. Tropic. Agric.*, 8(2): 24-28.

- Salam, A.K. and P.A. Helmke. 1998. The pH dependence of free ionic activities and total dissolved concentrations of copper and cadmium in soil solution. *Geoderma*, 83: 181-291.
- Salam, A.K., S. Djuniwati, dan Sinawung. 1998. Translocation of heavy metals in columns of a tropical soil treated with lime and zeolite. *Jurnal Teknik Lingk.*, 4(1): 7-10.
- Salam, A.K. 2017. Management of Heavy Metals in Tropical Soil Environment. Global Madani Press. Bandar Lampung.
- Salam, A.K. dan K. Ginanjar. 2017. Soil Labile Fractions Of Copper In Experimental Plots Ten Years After Treatment With Copper-Containing-Waste. *J. Trop. Soils*.
- Sanders, J.R. 1982. The effect of pH upon the copper and cupric ion concentrations in soil solution. *J. Soil Sci.* 33: 679-689.
- Singh, B. dan G. S. Sekhon. 1977. *Soils An Introduction*. MacMillan Publ. Co., New York.
- Sukkariyah, B. F., Evanylo, G., Zelazny, R.L. 2005. *Chaney Cadmium, Cooper, Nickel, And Zink Availability*. Environmental Soil Science, Wetland Restoration and Mined Land Reclamation.
- Sulaeman, Suparto, dan Eviati. 2005. *Petunjuk Teknis Analisis Kimia Tanah, Tanaman, Air dan Pupuk*. Balai Penelitian Tanah. Badan Litbang Pertanian. Bogor.
- Sumar, H., A., Kadarohman, AA., Sumarna dan A., Supriatna. 1994. *Kimia Analitik Instrumen Edisi Kesatu*. IKIP Semarang Press. Semarang.
- Sumar, H., Permanasari, A., Darsati, S. 1994. *Kimia Analitik Instrumen Edisi kesatu*. IKIP. Semarang Press.
- Suwardi dan H. Wiranegara. 2000. *Penuntun Praktikum Morfologi dan Klasifikasi Tanah*. Jurusan Tanah, Fakultas Pertanian, Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Workman, S.M. and W.L. Lindsay. 1990. Estimating divalent cadmium activities measured in arid-zone soils using competitive chelation. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 54: 987-993.