

**LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN**

**PENENTUAN BORON DAN KADMIUM PADA PUPUK  
ORGANIK MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI DI BALAI  
PENGKAJIAN TEKNOLOGI PERTANIAN (BPTP)  
YOGYAKARTA**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli Madya  
(A. Md.Si) Analis Kimia Program Studi D III Analisis Kimia**



**Disusun Oleh:**

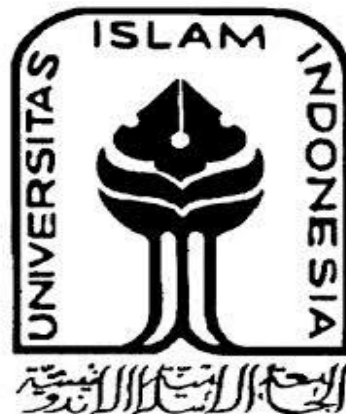
**Didit Waskito Aji**

**NIM: 13231021**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
YOGYAKARTA  
2018**

**LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN**  
**PENENTUAN BORON DAN KADMIUM PADA PUPUK**  
**ORGANIK MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRIDI BALAI**  
**PENGAJIAN TEKNOLOGI PERTANIAN (BPTP)**  
**YOGYAKARTA**

**DETERMINATION OF BORON AND CADMIUM IN**  
**ORGANIC FERTILIZER USING SPECTROPHOTOMETRY**  
**AT AGRICULTURAL TECHNOLOGY ASSESSMENT**  
**CENTER (BPTP) YOGYAKARTA**



**Disusun Oleh:**

**Didit Waskito Aji**  
**NIM: 13231021**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA**  
**YOGYAKARTA**  
**2018**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN**

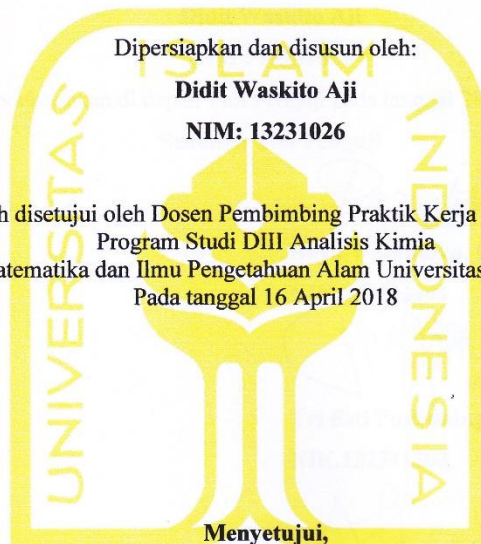
**DETERMINATION OF BORON AND CADMIUM IN  
ORGANIC FERTILIZER USING SPECTROPHOTOMETRY  
AT AGRICULTURAL TECHNOLOGY ASSESSMENT  
CENTER (BPTP) YOGYAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Didit Waskito Aji**

**NIM: 13231026**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan  
Program Studi DIII Analisis Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia  
Pada tanggal 16 April 2018



**Menyetujui,**

**Ketua Program Studi**

**Pembimbing**

**Thorikul Huda, S.Si., M. Sc.**  
**NIK. 052316003**

**Bayu Wiyantoko, M. Sc.**  
**NIK. 132311101**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN  
PENENTUAN BORON DAN KADMIUM PADA PUPUK  
ORGANIK MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI DI BALAI  
PENGAJIAN TEKNOLOGI PERTANIAN (BPTP)  
YOGYAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh :

**Didit Waskito Aji**

**NIM : 13231021**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 28 Februari 2018

**Susunan Tim Penguji**

**Pembimbing/ Penguji**



**Bayu Wiyantoko, M.Sc.**

**NIK.132311101**

**Penguji I**



**Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.**

**NIK.132311102**

**Penguji II**



**Puji Kurniawati, S.Pd.Si, M.Sc.**

**NIK. 132311103**

**Mengetahui,**

**Dekan Fakultas MIPA UII**



**Drs. Allwar, M.Sc., Ph.D.**

**NIK. 966120101**

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Praktik Kerja lapangan ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya. Si atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 14 April 2018



METERAI  
TEMPEL  
Rp. 6000  
6000  
ENAM RIBU RUPIAH

Didit Waskito Aji

## HALAMAN PERSEMBAHAN

### *Alhamdulillahirabbil 'aalamin*

*Saya persembahkan kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat hidayah-Nya serta kelancaran.*

*Terima kasih kepada Bapak dan Ibu yang telah memberikan dukung anmoril maupun materil.*

*Terimakasih kepada keluarga baru DIII Analis Kimia 2013 yang telah memberikan semangat.*

*Terima kasih kepada sahabat-sahabatku "Rahmatika, Rima, Devi, Liga, Krista dan Putri".*

*Terima kasih kepada sahabat, patner, kakak "Eviana" yang telah memberikan support dan selalu positif.*

*Terima kasih kepada teman seperjuangan PKL "Zakiah, Diandra, imah, puput, ganis, Meidian, Yasin dan Ridho".*

*Terima kasih kepada karyawan BPTP "Bapak widada, Bapak Sri, Mas Gunawan, Ibu Widawati dan Mbak Niken".*

*Terima kasih kepada semua yang telah ikut membantu yang tak dapat disebutkan satu persatu.*

## KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaikumwr. wb*

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala nikmat yang telah memberikan kehidupan dengan keilmuan-Nya, sehingga penulisan Laporan Praktik Kerja Lapangan yang penentuan boron dan kadmium pada pupuk organik menggunakan spektroskopi di Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) dapat diselesaikan dengan lancar. Sholawat serta salam tak lupa turunkan keharibaan Nabi yang terakhir, yakni Nabi Muhammad SAW yang telah membimbing umatnya dengan suritauladan dan akhlakul karimah.

Laporan Praktik Kerja Lapangan ini disusun dengan tujuan agar dapat mempersembahkan hasil yang positif. Analisis ini dilakukan untuk menerapkan aplikasi metode analisis kimia serta terampil dalam menganalisis suatu parameter kandungan unsur hara mikro dalam pupuk organik dan penentuan parameter validasi metode.

Selama pelaksanaan hingga penyelesaian Praktik Kerja Lapangan, penulis banyak mendapatkan berbagai bantuan dan pengetahuan dari banyak pihak. Penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada semua pihak yang telah mendukung dan membantu dalam penyusunan laporan ini antarlain :

1. Bapak Drs. Alwar, M.Si., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Bapak Thorikul Huda, M.Sc., selaku Ketua Program D III Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia sekaligus dosen Pembimbing Akademik.
3. Bapak Bayu Wiyantoko, M.Sc., selaku dosen pembimbing Praktik Kerja Lapangan yang telah memberi banyak perhatian, bimbingan, saran dan nasihat.
4. Bapak Sinung Rustijarno, M.Si., selaku Deputy KSPP Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta.

5. Bapak Widada, A.Md. selaku Deputy Manager Teknis Laboratorium Tanah Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta.
6. Ibu/Bapak Widowati, Sri Widodo, Niken Pawestri, A.Md., Gunawan Ari K, A.Md., selaku pembimbing instansi BPTP Yogyakarta.

Penulis menyadari bahwa laporan ini sangat jauh dari kesempurnaan, oleh karena itu penulis mengharapkan saran dan kritik dari semua pihak yang terkait untuk menyempurnakan laporan ini. Penulis mohon maaf kepada semua pihak apabila dalam penyusunan laporan ini terdapat banyak kesalahan. Penulis berharap laporan ini dapat bermanfaat bagi banyak pihak.

*Wassalamu'alaikumwr.wb*

Yogyakarta, 14 April 2018

Penyusun

**Didit Waskito Aji**



**DETERMINATION OF BORON AND CADMIUM IN ORGANIC  
FERTILIZER USING SPECTROPHOTOMETRY AT  
AGRICULTURAL TECHNOLOGY ASSESSMENT CENTER  
(BPTP) YOGYAKARTA**

**Didit Waskito Aji**

Program Studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan  
Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia  
Email: didit\_waskito@yahoo.com

**INTISARI**

Telah dilakukan penentuan kadar boron dan kadmium. Sampel yang digunakan pada penentuan kadar boron merupakan pupuk organik cair sebanyak 1 sampel dan dilakukan 7 kali pengulangan. Sampel yang di gunakan pada penentuan kadar kadmium sebanyak 6 sampel basah dan 3 sampel kering. Analisis dilakukan dengan metode destruksi basah menggunakan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) 65% dan asam perklorat ( $\text{HClO}_4$ ) 70 %. Ekstrak yang diperoleh diukur serapannya dengan spektrofotometri. Kandungan boron pada sampel pupuk organik yaitu 1,2079 ppm, dimana hasil ini masih memenuhi syarat mutu pupuk remah/gurah. Kandungan kadmium pada pupuk cair dan padat dari berbagai sampel sesuai peraturan SK Mentan No:28/Permentan/SR.30/B/2009 dengan konsentrasi < 2,5 ppm untuk pupuk cair dan <10 ppm untuk pupuk padat. Nilai yang didapatkan untuk LOD hasil uji boron sebesar 0,017 mg/L dan 0,057 mg/L dan nilai LOD dan LOQ pada penentuan kandungan kadmium pada pupuk organik sebesar 0,1571 mg/L dan 0,5237 mg/L.

Kata Kunci : Spektrofotometer serapan atom (SSA), spekofotometer uv-vis single beam , kadmium, Boron, Logam berat, Pupuk organik,

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
LEMBAR PENGESAHAN .....	ii
HALAMAN PENGESAHAN .....	iii
KATA PENGANTAR .....	iv
PERNYATAAN .....	v
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR TABEL.....	vii
INTISARI .....	viii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
BAB II DASAR TEORI.....	4
2.1 Profil Instansi.....	4
2.1.1 Sejarah Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta...4	
2.2 Pupuk.....	5
2.3 Logam berat.....	7
2.3.1 Boron.....	9
2.3.2 Kadmium.....	9
2.4 Spektrofotometri Serapan Atom.....	10
2.5 Spektrofotometri Uv-Vis.....	14
2.6 Linieritas.....	17
2.7 Presisi.....	17
2.8 Akurasi.....	18
2.9 <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of Quantitation</i> (LOQ).....	18

BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	19
3.1 Alat.....	19
3.2 Bahan.....	19
3.3 Prosedur kerja.....	19
3.3.2 Penentuan Kandungan Boron pada Pupuk Organik.....	19
3.3.1 Penentuan Kandungan Kadmium pada Pupuk Organik.....	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	24
4.1 Destruksi Sampel.....	24
4.2 Penentuan Boron dalam Pupuk Organik.....	24
4.2.1 Limit Deteksi Boron.....	27
4.2.2 Linieritas Boron.....	28
4.2.3 Presisi Boron.....	28
4.2.4 Akurasi Boron.....	29
4.3 Penentuan Kadmium dalam Pupuk Organik.....	30
4.3.1 Limit Deteksi Kadmium.....	31
4.3.2 Linieritas Kadmium.....	32
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	33
Kesimpulan.....	33
Saran.....	33
DAFTAR PUSTAKA.....	34

## DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Ketentuan Pengisian Labu <i>digestion</i> .....	21
Tabel 3.1 Ketentuan Penimbangan Sampel.....	22
Tabel 4.1 Data Pengukuran Absorbansi Larutan Standar Boron.....	25
Tabel 4.2 Kandungan Boron dalam Pupuk Organik.....	27
Tabel 4.3 Nilai LOD dan LOQ Boron.....	28
Tabel 4.4 Akurasi dan Hasil Perhitungan Recovery.....	29
Tabel 4.5 Data Pengukuran Absorbansi Larutan Standar Kadmium.....	30
Tabel 4.6 Penentuan Kadar Kadmium pada Pupuk Organik.....	31
Tabel 4.7 Nilai LOD dan LOQ Kadmium.....	32

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skema Umum pada Alat SSA (Haswel,1991).....	13
Gambar 2.3 Skema Alat Spektrofotometer UV-Visibel (Skoog, 2000).....	14
Gambar 4.1 Reaksi antara Azometine-H dengan Boron.....	25
Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Boron.....	26
Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Kadmium.....	30



# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Penduduk dunia semakin hari semakin bertambah jumlahnya. Jumlah penduduk di dunia pada tahun 1975 sekitar 4.000 juta jiwa dan pada tahun 2000 penduduk dunia melebihi angka 6.000 juta jiwa. Pertambahan penduduk menimbulkan konsekuensi meningkatnya kebutuhan hidup terutama pangan, sehingga perluasan areal pertanian dan pemanfaatan teknologi pertanian sangat diperlukan untuk memenuhi kebutuhan pangan tersebut (Rosmarkam dan Yuwono, 2005).

Pemanfaatan teknologi pertanian dalam segala bidang diperlukan untuk meningkatkan produksi pertanian. Usaha pertanian yang melakukan penanaman terus-menerus tanpa memperhatikan pemeliharaan atas tanahnya agar seimbang tentu akan menimbulkan resiko. Nutrisi atau unsur-unsur hara yang diserap di dalam pupuk itu terdiri dari unsur hara makro nitrogen, fosfor, kalium, kalsium, magnesium, sulfur dan unsur hara mikro besi, mangan, tembaga, seng, boron, molibdenum, klor, kobalt dalam bentuk anion maupun kation (Sutedjo, 2010).

Dari unsur hara yang banyak diserap oleh tanaman, boron yang jumlahnya paling sedikit dibutuhkan oleh tanaman, boron dalam tanaman berperan dalam metabolisme asam nukleat, karbohidrat, protein, fenol, dan auksin. Disamping itu boron juga berperan dalam pembelahan, pemanjangan devisi sel, permeabilitas membran dan perkencambahan serbuk sari. Kekurangan unsur boron pada tanaman dapat menyebabkan pertumbuhan tanaman kurang baik, dan kelebihan unsur ini pun dapat menyebabkan racun pada tanaman (EL Hadidhy, 2009).

Unsur hara non esensial yang terdapat pada tanaman salah satunya adalah kadmium, namun memiliki afinitas yang tinggi terhadap gugus tiol (-SH) dalam enzim dan protein. Oleh karena itu, keberadaan kadmium akan mengganggu aktivitas enzim, metabolisme besi, dan menyebabkan klorosis pada daun (Alloway 1990).

Kadmium merupakan salah satu dari berbagai jenis logam berat yang berbahaya untuk kehidupan binatang manusia. Keracunan kadmium dapat menyebabkan gangguan kronik pada ginjal, kerusakan hati, juga dapat mengganggu metabolisme kalsium (*osteomalasia*, turunnya berat jenis tulang, *hiperkalsuri* dan batu ginjal). Kadmium merupakan logam berat dalam tanah yang mudah larut dalam, hingga mudah di serap pada tanaman (Rahardjo dkk, 2001).

Pupuk diberikan ke lahan sebagai sumber hara tanaman untuk memenuhi kebutuhan tanaman yang tidak mampu dicukupi oleh hara yang secara alamiah terdapat dalam tanah. Sebagian besar pupuk yang diberikan ke dalam tanah hilang dari sistem pencucian, aliran permukaan, denitrifikasi dan penguapan serta sebagai bahan yang mengotori tanah, air, udara dan sumber-sumber alam penting lainnya (Mukhlis dkk, 2011).

Berdasarkan keadaan tersebut maka kadar boron dan kadmium perlu dianalisis untuk menghindari menurunnya kualitas dan kuantitas tanaman karena tingginya kandungan logam berat yang terkandung dalam pupuk. Analisis kandungan boron dapat dilakukan dengan spektrofotometri Uv-Vis sedangkan untuk kandungan kadmium dengan spektrofotometri serapan atom. Adapun persyaratan teknis yang diatur oleh Peraturan Surat Keputusan Menteri Pertanian No.28/Permentan/SR.30/B/2009 kandungan boron yang diperbolehkan maksimal 2500 ppm sedangkan untuk kadmium maksimal 2,5 ppm untuk cair dan 10 ppm untuk pelet. Selain kadar boron dan kadmium parameter lainnya yang perlu juga ditentukan yaitu limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ) untuk mengetahui konsentrasi terendah yang dapat diukur oleh alat dan metode yang digunakan, linieritas untuk menggambarkan ketelitian pekerjaan analisis suatu metode yang ditunjukkan oleh nilai koefisien determinasi kurang dari 0,995, kemudian presisi yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual dan akurasi yang menunjukkan ukuran derajat kedekatan hasil dengan kadar analit yang sebenarnya.



## **1.2 Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dari Praktik Kerja Lapangan ini adalah:

1. Bagaimana hasil pengendalian mutu uji boron dalam pupuk organik ditinjau dari parameter *limit of detection*, *limit of quantitation* linearitas, presisi dan akurasi?
2. Bagaimana hasil pengendalian mutu uji kadmium dalam pupuk organik ditinjau dari parameter *of detection*, *limit of quantitation* dan linearitas?
3. Berapa kandungan kadar boron dan kadmium dalam pupuk organik dan di bandingkan dengan syarat baku mutu pupuk organik sesuai SK PERMENTAN nomor 28 tahun 2009?

## **1.3 Tujuan**

Tujuan dari Praktik Kerja Lapangan ini adalah:

1. Mengetahui nilai *limit of detection*, *limit of quantitation*, linearitas, presisi dan akurasi pada penentuan kandungan boron dalam pupuk organik.
2. Mengetahui nilai *limit of detection*, *limit of quantitation* dan linearitas pada penentuan kandungan kadmium dalam pupuk organik.
3. Mengetahui kandungan boron dan kadmium pupuk organik dan membandingkan dengan syarat baku mutu pupuk organik sesuai SK PERMENTAN nomor 28 tahun 2009.

## **1.4 Manfaat**

Manfaat dari Praktik Kerja Lapangan ini adalah:

1. Mengetahui kandungan unsur makro dan unsur mikro pada pupuk organik serta mengetahui kualitas pupuk organik yang dianalisis.
2. Mengetahui metode uji kualitas pupuk organik.
3. Mengetahui teknik validasi metode pada pupuk organik.

## **BAB II**

### **DASAR TEORI**

#### **2.1 Profil Instansi**

##### **2.1.1 Sejarah Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta**

Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta adalah unit pelaksana teknis badan penelitian dan pengembangan pertanian. Departemen pertanian, di bentuk berdasarkan surat Keputusan (SK) Menteri pertanian No.350/Kpts/OT.210/12/2003 terdiri dari satu pejabat eselon IIIa (Kepala balai) dan dua pejabat eselon IVa yaitu kepala sub bagian tata usaha dan kepala seksi pelayanan teknis serta pejabat fungsional (Peneliti/Penyuluh/Fungsional lainnya).

Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta dibentuk berdasarkan surat keputusan (SK) menteri pertanian nomor 350/Kpts/OT.210/6/2001 tanggal 14 juni 2001. Seiring dengan penyempurnaan organisasi dan tata kerja balai yang tertuang dalam peraturan menteri pertanian nomor 16/Permentan/OT.140/3/2006 tanggal 1 maret 2006, BPTP Yogyakarta merupakan unit pelaksana teknis badan penelitian dan pengembangan pertanian, departemen pertanian yang berada di bawah dan bertanggungjawab kepada kepala badan penelitian dan pengembangan pertanian, dan dalam pelaksanaan sehari-hari di koordinasikan oleh kepala balai besar pengkajian dan pengembangan teknologi pertanian.

Pembentukan BPTP bertujuan untuk menghasilkan teknologi spesifik lokasi, memperpendek ranai informasi, mempercepat dan memperlancar diseminasi hasil penelitian (alih teknologi) kepada petani dan pengguna teknologi lainnya. Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta merupakan proyek informasi pertanian Yogyakarta yang berdiri pada tahun 1985. Pada tahun 1992 ditetapkan berdiri sebagai Balai Informasi Pertanian (BIP) Yogyakarta. Balai Informasi Penelitian ini merupakan balai tempat penyuluh tingkat Propinsi Yogyakarta ditempatkan dalam struktur organisasi penyuluhan di bawah Badan Diklat Pertanian.

Berdasarkan surat Keputusan Menteri Nomor 96 tahun 1994 tentang organisasi dan cara kerja, perubahan organisasi Balai Informasi Pertanian menjadi

Badan Litbang Pertanian, Balai Informasi Pertanian digabungkan dengan unit kerja Penelitian Tanah dan Agroklimat serta Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta beralamat di Jalan Stadion Maguwoharjo, No. 28, Demangan Baru yang terletak di Dusun Karang Sari, Kelurahan Wedomartani, Kecamatan Ngemplak, Kabupaten Sleman Provinsi Daerah Istimewa Yogyakarta. Jarak antara kantor BPTP dengan Ibukota Provinsi sekitar 6-7 km. Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta terletak pada ketinggian 115 mdpl dan suhunya mencapai 28°C. Tanaman yang dibudidayakan di daerah tersebut beranekaragam seperti padi, palawija, sayuran dan tanaman hortikultura lain. Adapun visi misi balai pengkajian teknologi pertanian Yogyakarta. Visi Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta adalah sebagai institusi penghasil teknologi pertanian spesifik lokasi yang sesuai dengan dinamika pasar dan kebutuhan wilayah Provinsi Daerah Istimewa Yogyakarta. Misi Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta yaitu:

1. Merekayasa dan mengembangkan inovasi pertanian spesifik lokasi yang diperlukan dan dimanfaatkan oleh petani, *stakholder*, dan sesuai dengan permintaan pasar.
2. Meningkatkan percepatan diseminasi inovasi pertanian spesifik lokasi.
3. Meningkatkan jaringan kerjasama dengan lembaga penelitian internasional, nasional maupun pihak swasta.
4. Mengembangkan kapasitas kelembagaan BPTP dalam rangka meningkatkan pelayanan prima.

## **2.2. Pupuk**

Pupuk dalam arti luas termasuk semua bahan yang ditambahkan ke dalam tanah untuk menyediakan unsur yang esensial bagi pertumbuhan tanaman. Pupuk tidak berisi unsur-unsur hara tanaman dalam bentuk unsur seperti nitrogen, fosfor, kalium, tetapi unsur tersebut ada dalam bentuk campuran yang memberikan bentuk-bentuk ion dari unsur hara yang dapat diabsorpsi tanaman (Foth, 1984).

Pupuk dapat dibedakan menjadi pupuk anorganik dan pupuk organik. Pupuk anorganik merupakan pupuk buatan pabrik, berbahan dasar dari mineral. Kandungan hara dalam pupuk anorganik terdiri atas unsur makro utama yaitu nitrogen, fosfor, kalium hara makro sekunder yaitu sulfur, kalsium, magnesium dan hara mikro yaitu tembaga, seng, mangan, molibden, boron dan kobal. Umumnya kandungan unsur hara dan kelarutannya tinggi dan berguna untuk memperbaiki sifat kimia tanah, misalnya Urea, *Triple super phosphate* (TSP), pupuk diamonium fosfat (DAP), dan lain sebagainya (Sutedjo, 2010).

Pupuk organik adalah pupuk yang berasal dari sisa tanaman, hewan atau manusia seperti pupuk kandang, pupuk hijau dan pupuk kompos yang berbentuk cair maupun padat. Pupuk organik bersifat *bulky* dengan kandungan hara makro dan mikro rendah sehingga diperlukan dalam jumlah banyak. Keuntungan utama menggunakan pupuk organik adalah dapat memperbaiki kesuburan kimia, fisik dan biologis tanah, selain sumber hara bagi tanaman (Suriadikarta dan Setyorini, 2005).

Menurut Prihandarini (2004), untuk membuat pupuk organik perlu ditambahkan larutan mikroorganisme yang membantu mempercepat proses pendegradasian. Pupuk organik mempunyai fungsi yang penting yaitu untuk mengemburkan lapisan tanah permukaan (*top soil*), meningkatkan populasi jasad renik, mempertinggi daya serap dan daya simpan air, yang keseluruhannya dapat meningkatkan kesuburan tanah (Sutedjo, 2010). Menurut Sutedjo (2010) syarat-syarat yang dimiliki pupuk organik, yaitu :

1. Zat nitrogen atau zat lemasnya harus terdapat dalam bentuk persenyawaan organik, sehingga harus mengalami peruraian menjadi senyawa nitrogen yang dapat diserap oleh tanaman.
2. Pupuk tersebut dapat dikatakan tidak meninggalkan asam organik di dalam tanah.
3. Pupuk tersebut seharusnya mempunyai kadar persenyawaan karbon organik yang tinggi, seperti hidrat arang.

Menurut Rinsema (1993), pupuk organik menyumbangkan sebagian unsur hara esensial ke dalam tanah, oleh karena itu kebutuhan tanah akan adanya pupuk organik dinilai sangat penting, hal ini disebabkan oleh beberapa faktor sebagai berikut:

1. Memperbaiki struktur tanah

Penguraian bahan organik oleh mikroorganisme di dalam tanah menghasilkan produk yang memiliki sifat sebagai perekat, yang mengikat butir-butir pasir menjadi butiran yang lebih besar dan tumbuh sistem tali menali yang terdiri dari benang-benang jamur yang mengikat bagian tanah menjadi suatu kesatuan.

2. Menaikkan daya serap tanah terhadap air

Bahan organik mempunyai daya absorpsi yang besar terhadap air tanah. Pupuk organik sering kali mempunyai pengaruh positif terhadap hasil tanaman.

3. Menaikkan kondisi kehidupan di dalam tanah

Organisme di dalam tanah dapat memanfaatkan bahan organik sebagai makanan.

4. Mengandung zat makanan tanaman

Pupuk organik biasanya menunjukkan pengaruh reaksi nitrogen yang jelas terlihat.

### **2.3. Logam berat**

Logam berat adalah unsur logam yang memiliki berat molekul yang tinggi. Umumnya bersifat racun, baik bagi tanaman maupun hewan. Menurut Subowo dkk (1999) adanya logam berat dalam tanah pertanian dapat menurunkan produktivitas pertanian dan kualitas hasil pertanian selain dapat membahayakan kesehatan manusia melalui konsumsi pangan yang dihasilkan dari tanah yang tercemar logam berat tersebut. Logam berat berbahaya karena berpotensi mengganggu kesehatan organisme apabila masuk ke dalam jaringan tubuh organisme tersebut. Sebagian tanaman memerlukan logam berat sebagai unsur hara, namun dalam jumlah yang sangat sedikit. Yang menjadi permasalahan apabila terjadi akumulasi logam berat dalam tanah akibat penggunaan bahan kimia pertanian yang berlebihan. Kandungan logam berat dalam tanah secara alamiah sangat rendah, kecuali tanah tersebut sudah

tercemar. Kandungan logam dalam tanah sangat berpengaruh terhadap kandungan logam pada tanaman yang tumbuh di atasnya. Akumulasi logam dalam tanaman tidak hanya bergantung pada kandungan logam dalam tanah, tetapi bergantung juga pada unsur kimia tanah, jenis logam, pH tanah, dan jenis tanaman (Darmono 1995).

Kandungan logam berat dalam tanah secara alamiah sangat rendah, kecuali tanah tersebut sudah tercemar. Kandungan logam dalam tanah sangat berpengaruh terhadap kandungan logam pada tanaman yang tumbuh di atasnya. Akumulasi logam dalam tanaman tidak hanya bergantung pada kandungan logam dalam tanah, tetapi bergantung juga pada unsur kimia tanah, jenis logam, pH tanah, dan jenis tanaman (Darmono 1995).

Logam berat biasanya terkandung dalam bahan kimia pertanian seperti pupuk dan pestisida. Pupuk biasanya mengandung logam berat sebagai bahan tambahan. Pupuk yang sering bahkan selalu mengandung logam berat adalah pupuk buatan anorganik. Namun pupuk organik belum tentu bebas dari kandungan logam berat. Hal tersebut dipengaruhi oleh sumber bahan organik yang digunakan sebagai bahan baku pupuk organik (Alloway, 1990). Pupuk yang di berikan ke tanah secara intensif akan sangat berbahaya bagi tanah serta tanaman yang ada di atasnya. Hal ini karena beberapa jenis pupuk mengandung logam berat dalam kadar yang sangat tinggi. Kadar tinggi ini akan sangat berbahaya jika terjadi akumulasi secara terus menerus dan membuat pertumbuhan dan kualitas serta kuantitas hasil tanaman menurun, selain itu logam berat dapat terakumulasi terlalu banyak akan mengganggu aktivitas mikroba atau bahkan meracuninya.

### 2.3.1. Boron

Boron adalah unsur alami yang banyak ditemukan di alam dikombinasikan dengan oksigen dan unsur lainnya, unsur-unsur pembentuk yang berbeda senyawa yang disebut borat. Borat didistribusikan secara luas di alam, terdapat di lautan, batuan sedimen, batubara, serpih dan beberapa tanah. Rata-rata konsentrasi boron dalam batuan bervariasi dari 5 mg / kg pada basal sampai 100 mg / kg pada serpih. Di laut, konsentrasi boron adalah sekitar 4,5 mg / liter.

Boron dalam tanah terutama sebagai asam borat ( $H_3BO_3$ ) dan kadarnya berkisar antara 7-80 ppm. Boron dalam tanah umumnya berupa ion borat hidrat  $B(OH)$ . Boron yang tersedia untuk tanaman hanya sekitar 5% dari kadar total boron dalam tanah. Boron ditransportasikan dari larutan tanah ke akar tanaman melalui proses aliran masa dan difusi. Selain itu, boron sering terdapat dalam bentuk senyawa organik. Boron juga banyak terjerap dalam kisi mineral lempung melalui proses substitusi isomorfik dengan  $Al^{3+}$  dan atau  $Si^{4+}$ . Mineral dalam tanah yang mengandung boron antara lain turmalin ( $H_2MgNaAl_3(BO)_2Si_4O_2$ ) $O^{20}$  yang mengandung 3%-4% boron. Mineral tersebut terbentuk dari batuan asam dan sedimen yang telah mengalami metamorfosis (Achmad, 2004).

### 2.3.2 Kadmium

Kadmium (Cd) adalah logam berat yang banyak digunakan dalam industri. Kadmium termasuk golongan IIB dalam tabel periodik dengan nomor atom 48, bobot atom 112,40, massa jenis  $8,65 \text{ g/cm}^3$ , dan titik leleh  $320,9^\circ\text{C}$ . Seperti Pb, Cd juga termasuk dalam golongan logam berat yang beracun, tidak hanya untuk pertumbuhan tanaman, tetapi juga bagi manusia dan hewan. Kadmium merupakan hara nonesensial bagi tanaman, namun mempunyai afinitas yang tinggi terhadap gugus tiol (-SH) dalam enzim dan protein. Oleh karena itu, keberadaan Cd akan mengganggu aktivitas enzim, metabolisme besi, dan menyebabkan klorosis pada daun (Alloway, 1990). Seperti logam-logam lainnya, Cd juga terkandung dalam batuan beku dan sedimen.

Kandungan total Cd dalam tanah kurang dari 8 ppm, sedangkan pada tanah yang kaya akan logam, kandungan Cd tanah tersebut bisa mencapai 800 ppm. Kadmium di alam tidak pernah ditambang tersendiri, selalu sebagai produk sampingan logam lain, misalnya Zn (Laegreid dkk. 1999). Sumber utama pencemaran Cd adalah tambang seng, tembaga, pabrik minyak, penyepuhan, pabrik semen, dan pusat pembakaran sampah. Air irigasi dapat tercemar oleh limbah dari berbagai sumber tersebut. Asap dari sumber-sumber tersebut juga dapat mencemari lingkungan. Alloway (1990) juga menyebutkan bahwa pencemaran kadmium terhadap lingkungan meningkat pada dekade terakhir ini akibat bertambahnya penggunaan Cd oleh industri. Seperti unsur-unsur kimia lain dalam tanah, Cd dapat terlarut dalam larutan tanah, dijerap oleh permukaan organik maupun anorganik, terikat kuat dalam mineral-mineral tanah, diendapkan oleh senyawa-senyawa yang berada di dalam tanah, dan terkandung dalam bahan hidup (Laegreid dkk, 1999).

Distribusi Cd dalam tanah menjadi dasar sehubungan dengan ketersediannya dalam tanaman. Faktor-faktor yang mengatur keseimbangan antar fase padat dan cair Cd dalam tanah sangat kompleks (Lagerweff, 1972). Kadmium dalam tanah dapat menjadi penyebab terganggunya serapan unsur-unsur hara oleh akar tanaman melalui interaksi kompetitif antagonis maupun sinergis dengan ion hara mineral yang diperlukan oleh pertumbuhan tanaman. Kadmium bersifat antagonis dengan Zn, tetapi bersifat sinergis dengan Fe dan Mn. Kadmium dan seng secara kimiawi hampir serupa, tetapi tingkat toksisitas Zn rendah dan merupakan unsur esensial bagi tanaman (Lepp, 1981).

#### **2.4. Spektrofometri Serapan Atom**

Spektrofotometri merupakan suatu metode analisis kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan banyaknya radiasi yang dihasilkan atau yang diserap oleh spesi atom atau molekul analit. Salah satu bagian dari spektrometri ialah spektrometri serapan atom yang merupakan metode analisis unsur secara



kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog dkk, 2000).

Spektrofotometri Serapan Atom adalah suatu metode analisis yang didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang beradapada tingkat energi dasar (*groundstate*). Penyerapan tersebut menyebabkan tereksitasinya elektron dalam kulit atom ke tingkat energi yang lebih tinggi. Keadaan ini bersifat labil, elektron akan kembali ke tingkat energi dasar sambil mengeluarkan energi yang berbentuk radiasi. Atom bebas berinteraksi dengan berbagai bentuk energi seperti energi panas, energi elektromagnetik, energi kimia dan energi listrik. Interaksi ini menimbulkan proses-proses dalam atom bebas yang menghasilkan absorpsi dan emisi (pancaran) radiasi dan panas. Radiasi yang dipancarkan bersifat khas karena mempunyai panjang gelombang yang karakteristik untuk setiap atom bebas (Basset dkk, 1994).

Spektrofotometer serapan atom merupakan teknik analisis kuantitatif dari unsur-unsur yang pemakaiannya sangat luas, diberbagai bidang karena prosedurnya selektif, spesifik, biaya analisa relatif murah, memiliki sensitivitas yang tinggi pada ppm hingga ppb, dapat dengan mudah membuat matriks yang sesuai dengan standar, waktu analisa sangat cepat dan mudah dilakukan. Spektrofotometri Serapan Atom menjadi alat yang canggih dalam analisis yang pada umumnya digunakan untuk analisis unsur, alat ini dapat digunakan untuk mengukur logam sebanyak 61 logam (Basset dkk, 1994).

Sumber cahaya pada SSA adalah sumber cahaya dari lampu katoda yang berasal dari elemen yang sedang diukur kemudian dilewatkan ke dalam nyala api yang berisi sampel yang telah teratomisasi, kemudian radiasi tersebut diteruskan ke detektor melalui monokromator. Detektor akan menolak arah searah arus (DC) dari emisi nyala dan hanya mengukur arus bolak-balik dari sumber radiasi atau sampel. Atom dari suatu unsur pada keadaan dasar akan dikenai radiasi maka atom tersebut akan menyerap energi dan mengakibatkan elektron pada kulit terluar naik ke tingkat

energi yang lebih tinggi atau tereksitasi. Atom-atom dari sampel akan menyerap sebagian sinar yang dipancarkan oleh sumber cahaya. Penyerapan energi cahaya terjadi pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan energi yang dibutuhkan oleh atom tersebut (Basset, 1994).

Apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom-atom bebas yang bersangkutan maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada dalam sel. Menurut Day dan Underwood (2002) hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari:

1. Hukum Lambert Bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi.
2. Hukum Beer Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut.

Penggabungan kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan:

$$I_t = I_o \cdot e^{-\epsilon bc},$$

atau

$$A = -\text{Log } I_t/I_o = \epsilon bc$$

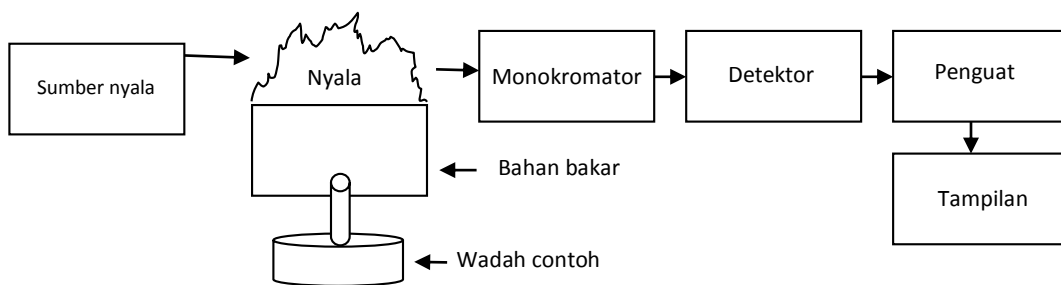
Keterangan :

- $I_o$  = Intensitas sumber sinar
- $I_t$  = Intensitas sinar yang diteruskan
- $\epsilon$  = Absorbsivitas molar
- $b$  = Panjang medium
- $c$  = Konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar
- $A$  = Absorbansi.

Persamaan di atas menunjukkan bahwa besarnya absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi atom-atom pada tingkat tenaga dasar dalam medium nyala. Banyaknya konsentrasi atom-atom dalam nyala tersebut sebanding dengan konsentrasi unsur dalam larutan cuplikan. Dengan demikian, dari plotserapan dan konsentrasi unsur dalam larutan standar diperoleh kurva kalibrasi. Dengan

menempatkan absorbansi dari suatu cuplikan pada kurva standar akan diperoleh konsentrasi dalam larutan cuplikan (Day dan Underwood, 2002).

Alat SSA memiliki dua bagian utama yaitu suatu sel atom yang menghasilkan atom-atom gas bebas dalam keadaan dasarnya dan suatu sistem optik untuk pengukuran sinyal. Suatu skema umum dari alat SSA adalah sebagai berikut:



**Gambar 2.1. Skema umum pada alat SSA (Haswel,1991)**

Syarat contoh yang dapat dianalisis dengan metode spektrofotometri atomik harus diubah ke dalam bentuk uap atom. Proses atomisasi dilakukan dengan menguapkan contoh dan didekomposisi untuk membentuk atom dalam bentuk uap. Menurut Al Anshori (2005), secara umum pembentukan atom bebas dalam keadaan gas melalui tahapan-tahapan sebagai berikut:

1. Penyusutan pelarut, pada tahap ini pelarut akan teruapkan dan meninggalkan residu padat.
2. Penguapan zat padat, zat padat ini terdisosiasi menjadi atom-atom penyusunnya yang mula-mula akan berada dalam keadaan dasar.

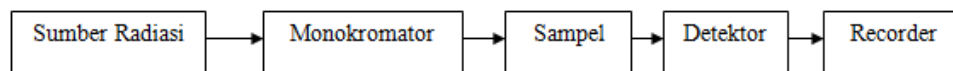
Beberapa atom akan mengalami eksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi dan akan mencapai kondisi atom-atom tersebut mampu memancarkan energi. Untuk penentuan kadar dari Cd dalam percobaan ini, digunakan instrumen Spektroskopi Serapan Atom (AAS). Spektroskopi serapan atom menggunakan lampu sesuai panjang gelombang maksimum yang dapat menyerap sampel secara maksimal. Metode yang digunakan pada AAS, sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi

rendah, sehingga untuk keperluan analisis ini zat yang ingin dianalisis ditetapkan dalam satuan ppm. Absorbansi menunjukkan kemampuan sampel untuk menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang maksimum

Absorbansi yang dihasilkan berbanding lurus dengan konsentrasi larutan standar yaitu semakin besar konsentrasi yang digunakan, maka absorbansinya juga semakin besar. Setelah didapatkan absorbansi dari larutan standar, maka dibuat grafik hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi yang kemudian dihasilkan regresi linear. Nilai regresi linear (R) dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi larutan sampel. Regresi linear yang mendekati 1, maka absorbans yang dihasilkan sudah cukup baik (mendekati kebenaran). Dari data larutan standar Cd, maka dapat dibuat kurva kalibrasi konsentrasi versus absorbansi.

## 2.5. Spektrofotometri Uv-Vis

Spektrofotometri UV-Visibel adalah teknik analisis spektroskopik yang memakai sumber REM (radiasi elektromagnetik) ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) dengan memakai instrumen spektrofotometer. Spektrofotometri UV-Visibel melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometri UV- Visibel lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif (Mulja,1995).



**Gambar 2.3. Skema Alat Spektrofotometer UV-Visibel (Skoog dkk, 2000)**

Prinsip kerja dari spektrofotometer UV- Visibel diawali dengan adanya pemisahan berkas cahaya sumber oleh *diffraction grating*, kemudian berkas cahaya tersebut diseleksi oleh kisi agar didapatkan intensitas tertentu. Berkas cahaya ini akan diserap oleh *sample cuvette* kemudian dideteksi oleh detektor. Sebelum dilakukan pengukuran terhadap larutan uji, terlebih dahulu diujikan *sample*

*cuvette* yang berisi pelarut dari larutan uji. Pada pengujian ini akan didapatkan intensitas awal yang merupakan intensitas cahaya yang melewati *cuvette* pelarut. Proses yang sama dilakukan pengujian terhadap larutan uji dan akan didapatkan intensitas cahaya yang melewati larutan uji (Skoog dkk, 2000).

Spektrofotometer UV-Visibel dapat melakukan penentuan terhadap sampel yang berupa larutan, gas, atau uap. Untuk sampel yang berupa larutan perlu diperhatikan pelarut yang dipakai antaralain (Mulja, 1995) :

1. Pelarut yang dipakai tidak mengandung sistem ikatan rangkap terkonjugasi pada struktur molekulnya dan tidak berwarna.
2. Tidak terjadi interaksi dengan molekul senyawa yang dianalisis.
3. Kemurniannya harus tinggi atau derajat untuk analisis.

Absorpsi cahaya UV-Visibel mengakibatkan transisi elektronik, yaitu promosi elektron-elektron dari orbital keadaan dasar yang berenergi rendah ke orbital keadaan tereksitasi berenergi lebih tinggi. Energi yang terserap kemudian terbuang sebagai cahaya atau tersalurkan dalam reaksi kimia. Absorpsi cahaya tampak dan radiasi ultraviolet meningkatkan energi elektronik sebuah molekul, artinya energi yang disumbangkan oleh foton-foton memungkinkan elektron-elektron itu mengatasi kekurangan inti dan pindah keluar ke orbital baru yang lebih tinggi energinya. Semua molekul dapat menyerap radiasi dalam daerah UV- Visibel karena mengandung elektron, baik sekutu maupun menyendiri, yang dapat dieksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi (Skoog dkk, 2000).

Spektrofotometer ultra violet dan sinar tampak merupakan suatu metode yang digunakan dalam menentukan gugus kromofor yang terikat pada suatu senyawa. Penyerapan sinar tampak atau ultra violet oleh suatu molekul dapat menyebabkan terjadinya eksitasi molekul dari tingkat dasar ke tingkat energi lebih tinggi (Hendayana dkk, 1994).

Pengukuran absorbansi dilakukan pada panjang gelombang maksimum, secara matematik bila sistem merupakan sistem ideal maka akan diperoleh garis lurus antara

absorbansi dengan konsentrasi sesuai yang dinyatakan menurut hukum Lambert-Beer (Sastrohamidjojo, 2001).

Pada percobaan ini spektrofotometer yang digunakan adalah spektrofotometer sinar tampak. Bagian-bagian dari spektrofotometer:

1. Sumber sinar

Sumber sinar yang baik untuk pengukuran absorban seharusnya memancarkan spektrum yang kontinyu dan berintensitas tinggi serta merata di daerah panjang gelombang yang dikehendaki. Untuk sinar tampak menggunakan lampu wolfram.

2. Monokromator

Monokromator berfungsi untuk merubah sinar polikromatis menjadi sinar monokromatis. Unsur yang terpenting dari monokromator adalah sistem celah dan unsur dispersif. Spektrofotometer daerah tampak menggunakan prisma gelas.

3. Kuvet

Spektrofotometer pada umumnya melibatkan larutan, dengan demikian wadah sampel merupakan sel untuk menempatkan cairan di dalam sinar spektrofotometer. Sel harus diisi sedemikian rupa sehingga berkas cahaya lewat larutan sampai dengan seluruh miniskus diatas sinar.

4. Detektor

Detektor merupakan alat yang mampu mendeteksi dan sekaligus merubah energi sinar menjadi sinyal listrik.

5. Amplifier

Alat penguat arus, sinyal listrik yang dihasilkan sangat lemah sekali, sehingga dengan adanya amplifier sinyal listrik dapat diukur.

Prinsip kerja alat spektrofotometer, yaitu suatu sumber cahaya dipancarkan melalui monokromator yang akan menguraikan sinar yang masuk dari sumber cahaya tersebut menjadi pita-pita panjang gelombang yang diinginkan untuk pengukuran suatu zat tertentu. Setiap gugus kromofor mempunyai panjang gelombang maksimum yang berbeda. Dari monokromator tadi cahaya atau energi radiasi diteruskan dan

diserap oleh suatu larutan yang akan diperiksa didalam kuvet. Jumlah cahaya yang diserap oleh larutan akan menghasilkan sinyal elektrik pada detektor, yang mana sinyal elektrik ini sebanding dengan cahaya yang diserap oleh larutan tersebut. Besarnya sinyal elektrik yang dialirkan ke rekorder untuk mencatat hasil sebagai angka.

## **2.6. Linieritas**

Linieritas adalah kemampuan suatu metode analisis untuk mendapatkan hasil yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel pada kisaran yang ada. Uji ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan standar dalam mendeteksi analit dalam contoh. Linieritas biasanya dinyatakan dengan istilah variansi disekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik datayang diperoleh dari hasil pengukuran analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit. Perlakuan matematik dalam pengujian linieritas adalah melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil (*least square method*) antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit. Linieritas metode dapat menggambarkan ketelitian pengerjaan analisis suatu metode yang ditunjukkan oleh nilai koefisien determinasi sebesar  $> 0,995$  (Riyanto, 2014).

## **2.7. Presisi**

Presisi atau *precision* adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). *Precision* dapat dinyatakan sebagai keterulangan atau ketertiruan (Riyanto, 2014).

Penentuan presisi (%RSD) dapat diperoleh dari pengulangan pembacaan menggunakan spektro sampel yang diulang sebanyak 7 kali

pengulangan, setelah di dapatkan absorbansi di hitung %RSD yg di dapat dengan penentuan berikut :

$$\%RSD = \frac{SD}{rata-rata\ konsentrasi} \times 100$$

## 2.8. Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (recovery) analit yang ditambahkan. Akurasi dapat ditentukan melalui dua cara, yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*) (Riyanto, 2014).

Penentuan akurasi di dapat dari penambahan spike pada sampel, 0,5 gram sampel ditambah asam perklorat pekat 0,5 mL dan asam nitrat pekat 5 mL dan penambahan *spike* sebanyak 0,2 mL. Menentukan % recovery dapat di hitung dengan penentuan berikut :

$$\% Recovery = \frac{(C_{s\text{ampel} + spike}) - C_{s\text{ampel}}}{C_{target}} \times 100$$

## 2.9. Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantitation (LOQ)

Limit deteksi (LOD) adalah konsentrasi terendah dari analit dalam contoh yang dapat terdeteksi, akan tetapi tidak perlu terkuantisasi, di bawah kondisi pengujian yang disepakati. Limit kuantitasi (LOQ) atau disebut juga limit pelaporan (*limit of reporting*) adalah konsentrasi terendah dari analit dalam contoh yang dapat ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima, di bawah kondisi pengujian yang disepakati. Limit deteksi dan limit kuantitasi tidak dapat dipisahkan karena diantara keduanya terdapat hubungan yang sangat kuat. Secara praktis cara evaluasi keduanya dapat dikatakan tidak ada perbedaan yang signifikan. Perbedaan di antara keduanya hanya pada sifat kuantitatif data yang diperoleh (Kantasubrata, 2005).



## **BAB III**

### **METODOLOGI**

#### **3.1 Alat**

Alat yang di gunakan pada penelitian ini adalah spektrofotometri serapan atom (SSA) (*Agilent Technologies 200 series AA*), spektrofotometri uv-vis single beam, (*Thermoscientific, genesis 20*), neraca (*Adventurer AR 2140*), labu takar 50 mL (PYREX), tabung dan *block digestor* Kjeldahl therm, kaca arloji, corong, pipet tetes, tabung reaksi, rak tabung, kuvet, *vortex mixer* (Genius 3), Pipet ukur 1,5,10 mL, spatula.

#### **3.2 Bahan**

Bahan yang di gunakan dalam penelitian ini adalah Sampel pupuk Organik, Larutan titrisol Cd 1000 ppm (Merck), HNO<sub>3</sub> 65 % (Merck), HClO<sub>4</sub> 72 % (Merck), Akuadest, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, NH<sub>4</sub>, EDTA, *Nitrilotriacetacid*, Asam asetat glasial, *Azometine*, Asam askorbat, Kertas saring Whatman No 41.

#### **3.3 Prosedur kerja**

##### **3.3.1 Penentuan kandungan boron pada pupuk organic**

###### **A. Preparasi reagen**

###### **1. Pembuatan azometine-H**

*Azometine* dan asam askorbat masing-masing ditimbang sebanyak 0,23 g dan 0,5 g dilarutkan menggunakan akuades sebanyak 25 mL dan rendam menggunakan air panas hingga berwarna kuning jernih.

###### **2. Pembuatan larutan sangga**

Serbuk NH<sub>4</sub> asetat ditimbang sebanyak 100 gram, 10 gram Na-EDTAdan 4 gram *nitrilotriacetacid*, dilarutkan menggunakan 160 mL akuades kemudian ditambahkan secara perlahan 50 mL asam asetat glasial dan diaduk hingga homogen.

## B. Preparasi sampel

### 1. Larutan standar boron 100 ppm

Serbuk  $\text{H}_3\text{BO}_3$  ditimbang sebanyak 0,2859 gram kemudian dilarutkan, ditera dan dihomogenkan pada labu ukur 500 mL menggunakan akuades.

### 2. Pembuatan larutan deret standar boron

Larutan standar boron 100 ppm diambil 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 mL, dimasukkan kemudian ditera dan dihomogenkan pada labu ukur 100 mL menggunakan akuades.

### 3. Pembuatan blanko PN

Asam perklorat pekat 0,5 mL dan asam nitrat pekat 5 mL dimasukkan ke labu ukur 50 mL kemudian ditera dan dihomogenkan menggunakan akuades.

## C. Analisis sampel

### 1. Pembuatan *spike* dan sampel pupuk validasi

Sampel pupuk ditimbang 0,5 gram sebanyak 7 kali pengulangan pada tabung *digestion*. Tabung pengujian sampel berisi sampel 0,5 gram ditambah asam perklorat pekat 0,5 mL dan asam nitrat pekat 5 mL. Tabung pembuatan *spike* berisi sampel 0,5 gram ditambah asam perklorat pekat 0,5 mL, asam nitrat pekat 5 mL dan penambahan *spike* sebanyak 0,2 mL dari larutan standar boron 100 ppm. Sampel kemudian dipanaskan hingga uap kuning hilang. Larutan sampel dimasukkan ke labu ukur 50 mL kemudian ditera hingga tanda batas dan dihomogenkan. Ketentuan isi tabung *digestion* dapat dilihat pada Tabel 3.1.

**Tabel 3.1** Ketentuan pengisian labu *digestion*.

Pengulangan	Berat sampel pupuk organik (gram)	Volume Asam perklorat (mL)	Volume Asam nitrat (mL)	Volume <i>Spike</i> (mL)
1	0,5	0,5	5	-
2	0,5	0,5	5	0,2

## 2. Preparasi pengujian boron

Contoh, *spike* dan deret standar boron dipipet masing-masing 4 mL kemudian dimasukkan ke tabung reaksi dan ditambah 1 mL larutan sangga kemudian digojog menggunakan vortex. Ditambah 1 mL azometine-H, digojog menggunakan vortex dan dibiarkan selama 1 jam. Boron dalam larutan di ukur dengan menggunakan spektrofotometer uv-vis single beam pada panjang gelombang 460 nm dengan deret standar sebagai pembanding.

## 3. Perhitungan kadar boron

Kadar boron dapat di tentukan menggunakan rumus (Penentuan B):

$$\text{Kadar Boron mg/L} = \text{ppm kurva} \times \text{fp}$$

Keterangan:

ppm kurva = Kadar contoh yang di dapat dari kurva hubungan antara deret standar dengan pembacaannya setelah di koreksi blanko.

fp = Faktor pengenceran (jika ada).

### 3.3.2 Penentuan kandungan Kadmium pada pupuk organik

#### A. Preparasi sampel

##### 1. Larutan standar kadmium 100 ppm

Prosedur kerja pada pembuatan larutan standar 100 ppm yaitu memipet 5 mL larutan induk kadmium (Cd) 1000 ppm ke dalam labu takar 50 mL diencerkan menggunakan akuades dan homogenkan.

##### 2. Pembuatan larutan deret standar kadmium

Larutan standar kadmium 100 ppm diambil 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 mL, dimasukkan kemudian ditera dan dihomogenkan pada labu ukur 100 mL menggunakan akuades.

##### 3. Pembuatan blanko PN

Asam perklorat pekat 0,5 mL dan asam nitrat pekat 5 mL dimasukkan ke labu ukur 50 mL kemudian ditera dan dihomogenkan menggunakan akuades.

## B. Analisis sampel

### 1. Preparasi pengujian kadmium

Sampel pupuk organik ditimbang dengan catatan apabila sampel padat di timbang 0,5 gram, dan untuk sampel cair dimasukan sebanyak 5 mL dalam labu *digestion* dan kemudian dicatat berat gramnya. Ketentuan penimbangan sampel tercantum pada Tabel 3.2.

**Tabel 3.2 Ketentuan penimbangan sampel**

No	Sampel	Tekstur	Sampel 1 (gram)	Sampel 2 (gram)
1	PO.17.003	Padat	0,5	0,5
2	PO.17.004	Padat	0,5	0,5
3	PO.17.005	Padat	0,5	0,5
4	PO.17.024	Cair	4,7824	5,0583
5	PO.17.025	Cair	5,0423	5,1000
6	PO.17.026	Cair	5,0888	5,2152
7	PO.17.027	Cair	5,1923	5,2218
8	PO.17.028	Cair	5,2060	5,2914
9	PO.17.029	Cair	4,9449	5,0891

Sampel pupuk dimasukan ke tabung *digestion* dan ditambahkan 0,5 mL asam perklorat pekat dan 5 mL asam nitrat pekat. Tabung berisi sampel yang sudah ditambah asam perklorat dan asam nitrat pekat panaskan hingga uap kuning hilang. Larutan disaring dan dimasukan ke labu ukur 50 mL kemudian ditera hingga tanda batas dan di homogenkan. Absorbansi maksimum sampel 1 dan 2 untuk Cd diukur menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA).

## 2. Perhitungan kadar kadmium

Kadar kadmium dapat di tentukan menggunakan rumus (Penentuan Cd):

$$\text{ppm kurva} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

Keterangan:

ppm kurva = Kadar contoh yang di dapat dari kurva regresi hubungan antara deret standar dengan pembacaannya setelah di koreksi blanko.

fp = Faktor pengenceran (jika ada).

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

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Destruksi Sampel**

Pupuk organik yang akan dianalisis sebelumnya didestruksi dengan cara destruksi basah. Destruksi basah dilakukan dengan menambahkan sampel dengan asam pekat, sedangkan destruksi kering dilakukan dengan pemanasan pada suhu tinggi dengan alat berupa tanur. Sampel didestruksi basah bertujuan untuk memecah struktur atau senyawa dari kandungan sampel tersebut menjadi komponen yang lebih sederhana sehingga mudah menentukan kandungan unsur logam yang akan dianalisis.

Sampel pupuk organik cair ditimbang sebanyak  $\pm 5$  gram, kemudian didestruksi dengan menggunakan 5 mL asam nitrat 65% dan 0,5 mL asam perklorat 72%, yang keduanya merupakan oksidator kuat. Asam nitrat ditambahkan bertujuan untuk mengoksidasi sampel, karena asam nitrat merupakan asam kuat. Asam perklorat dapat digunakan untuk membantu kinerja asam nitrat dalam mengoksidasi sampel. Larutan dipanaskan pada suhu 200°C yang bertujuan untuk menyempurnakan proses oksidasi sampel.

Proses destruksi dihentikan ketika uap putih keluar dan tersisa sekitar 0,5 mL larutan dalam labu. Hasil destruksi dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL. Hasil destruksi tersebut diencerkan dengan akuades kemudian disaring atau dibiarkan semalam. Kadmium di alam jarang sekali ditemukan dalam bentuk bebas, biasanya di temukan dalam bentuk kadmium oksida (CdO) yang terikat pada senyawa organik yaitu oksida (Synkowski, 2004). Reaksi yang berlangsung pada saat proses destruksi sampel pupuk sebagai berikut (Ervina, 2013):

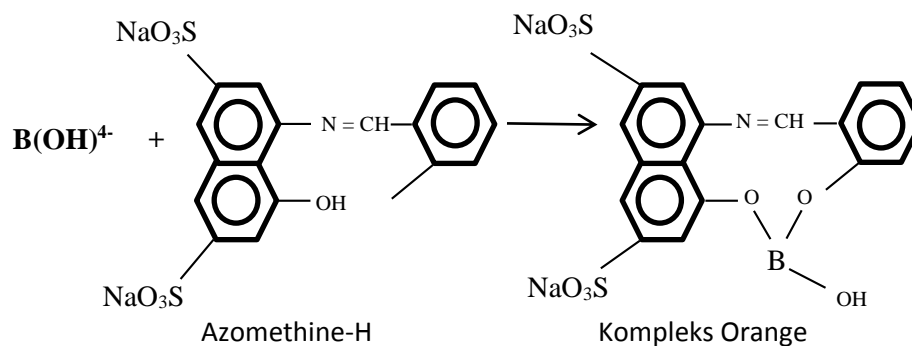


Penambahan masing-masing asam mempunyai tujuan tersendiri. Destruksi ini menggunakan  $\text{HNO}_3$  sebagai agen pengoksidasi utama karena  $\text{HNO}_3$  merupakan pelarut logam yang baik, Cd teroksidasi oleh  $\text{HNO}_3$  sehingga menjadi larut.

Sementara itu  $\text{HClO}_4$  bertindak sebagai oksidator untuk membantu  $\text{HNO}_3$  mendekomposisi matriks organik (Ervina, 2013).

#### 4.2 Penentuan boron dalam pupuk organik

Boron pada pupuk umumnya berupa ion borat  $\text{B(OH)}_4^-$  dan untuk menganalisis kandungan boron perlu dilakukan preparasi terlebih dahulu. Preparasi berupa destruksi basah untuk menghasilkan ekstrak pupuk organik sekaligus membebaskan boron dari matriks organiknya. Proses destruksi basah pada sampel pupuk menghasilkan ekstrak pupuk organik. Ekstrak yang diperoleh terlebih dahulu diencerkan di labu ukur 50 mL. Masing-masing 4 mL contoh, *spike* dan deret standar boron dipipet dan dimasukkan ke tabung reaksi kemudian ditambahkan 1 mL larutan sangga dan digojog menggunakan vortex. Ditambahkan 1 mL azometine-H, digojog menggunakan vortex dan dibiarkan selama 1 jam. Boron dalam larutan diukur dengan menggunakan spektrofotometer uv-vis *single beam* pada panjang gelombang 460 nm dengan deret standar sebagai pembanding. Penambahan azometine-H pada sampel berdampak terjadinya reaksi antara azometine-H dengan boron seperti ditunjukkan pada Gambar 4.1.



**Gambar 4.1 Reaksi antara azometine-H dengan boron (EL Hadidhy, 2009)**

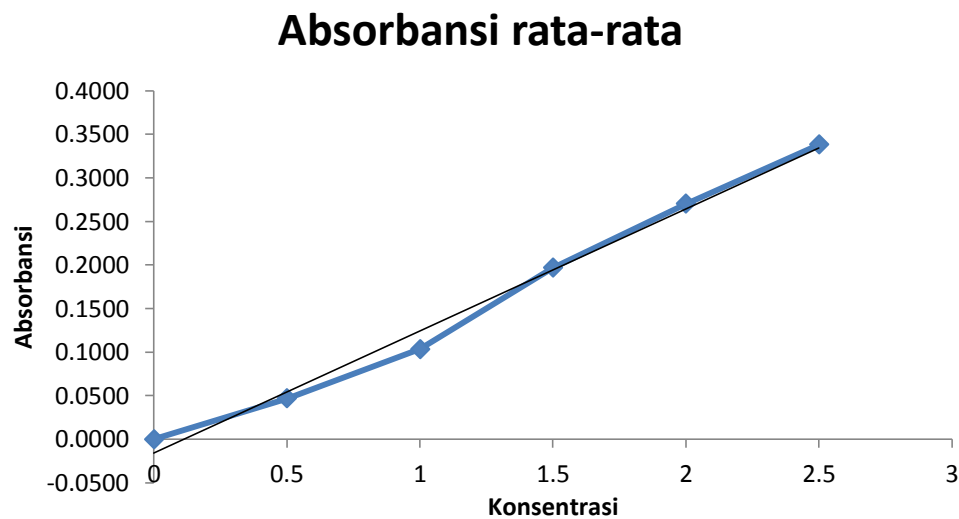
Larutan azometine berfungsi sebagai pengompleks pada pengujian boron dengan adanya perubahan warna dari tidak berwarna menjadi orange. Azometine memiliki elektron bebas pada OH yang dapat mengikat boron dengan muatan positif,

sehingga akan terjadi ikatan muatan negatif dan positif. Hasil pengukuran absorbansi larutan standar boron pada pupuk organik dengan konsentrasi 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 dan 2,5 dapat dilihat pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1 Data Pengukuran Absorbansi Larutan Standar Boron**

Konsentrasi standar boron (mg/L)	Absorbansi
0	0,0000
0,5	0,0466
1,0	0,1034
1,5	0,1966
2,0	0,2701
2,5	0,3380

Berdasarkan data absorbansi larutan standar boron, dapat dibuat kurva kalibrasi antara larutan standar boron dengan absorbansi dari larutan standar boron. Persamaan garis yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel sebagai ppm kurva. Kurva kalibrasi dapat dilihat pada Gambar 4.2.



**Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Boron**



Persamaan garis  $y = 0,1402x - 0,0162$  diperoleh dari kurva kalibrasi larutan standar boron, dengan koefisien korelasi ( $r$ ) 0,9908 dan koefisien determinasi ( $R^2$ ) 0,9817. Koefisien korelasi menunjukkan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi, sementara nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) menunjukkan kedekatan garis regresi linear dengan titik data sebenarnya. Konsentrasi yang telah diperoleh dari persamaan garis, kadar boron dapat ditentukan menggunakan rumus (Penentuan B).

Kandungan boron dalam pupuk organik dihitung dengan rumus penentuan kadar boron tersebut, sehingga dapat diperoleh hasil pada Tabel 4.2.

**Tabel 4.2 Kandungan boron dalam Pupuk Organik**

Pengulangan	Absorbansi	Kandungan boron dalam pupuk organik (mg/L)	Batas Ketentuan	Kesimpulan
1	0,161	1,2639	0-2500ppm	Memenuhi
2	0,158	1,2425	0-2500ppm	Memenuhi
3	0,155	1,2211	0-2500ppm	Memenuhi
4	0,153	1,2068	0-2500ppm	Memenuhi
5	0,150	1,1854	0-2500ppm	Memenuhi
6	0,147	1,1641	0-2500ppm	Memenuhi
7	0,148	1,1712	0-2500ppm	Memenuhi
	Rata-rata	1,2079		
	SD	0,0372		
	%RSD	3,0765		
	CV Horwitz	4,959		

Menurut persyaratan teknis yang diatur oleh Menteri Pertanian yang tertuang dalam surat Keputusan Menteri Pertanian Nomor 28 tahun 2009, kandungan boron dalam pupuk organik yang diperbolehkan adalah 0-2500 mg/L, sehingga dapat diketahui bahwa kandungan boron pada sampel pupuk organik masih berada dalam rentang syarat mutu.

#### 4.4. Limit Deteksi Boron

Pengendalian mutu boron dalam pupuk organik salahsatunya ditinjau dari parameter limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ) yang didapat dari absorbansi larutan standar yang dapat ditentukan menggunakan penentuan limit deteksi berikut :

$$\text{LOD} = \frac{3.S^{y/x}}{\text{slope}}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10.S^{y/x}}{\text{slope}}$$

Nilai limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ) yang didapat dengan menggunakan penentuan Limit Deteksi dihasilkan data pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3 Nilai LOD dan LOQ Boron**

<b>Konsentrasi standar (ppm)</b>	<b>Abs (y)</b>	<b>Abs (yi)</b>	<b>(y-yi)^2</b>	
0	0	-0,0162	2,62 x 10 <sup>-04</sup>	
0,5	0,04657	0,0539	5,37 x 10 <sup>-05</sup>	
1	0,10343	0,124	4,23 x10 <sup>-04</sup>	
1,5	0,19657	0,1941	6,11 x 10 <sup>-06</sup>	
2	0,27014	0,2642	3,53 x 10 <sup>-05</sup>	
2,5	0,338	0,3343	1,37 x 10 <sup>-05</sup>	
<b>Jumlah</b>			7,94 x 10 <sup>-04</sup>	
			<b>LOD</b>	0,017
			<b>LOQ</b>	0,0567

Berdasarkan data tersebut menunjukkan konsentrasi sampel berada di atas nilai LOD dan LOQ dan dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan sesuai untuk pengujian boron.

#### 4.2.2. Linieritas Boron

Penentuan linieritas yang dilakukan dengan mengukur larutan standar boron menggunakan spektrofotometer uv-vis, dan pengukuran absorbansi yang di lakukan pada larutan standar boron didapatkan kurva kalibrasi, sehingga di ketahui nilai koefisien korelasi (r) boron sebesar 0,9908 dan nilai koefisien determinasi (R<sup>2</sup>)

sebesar 0,9817. Dari nilai yang didapat bahwa pada penentuan kandungan boron pada pupuk organik memiliki ketelitian yang kurang baik karena nilai koefisien determinasi kurang dari 0,995.

#### 4.2.3. Presisi Boron

Penentuan presisi dilakukan dengan pengulangan sebanyak 7 kali. Berdasarkan perhitungan diperoleh nilai RSD sebesar 3,0765. Hasil RSD yang diperoleh 3.0765 kurang sesuai karena lebih besar dari ketentuan kurang dari 2 % sehingga dengan CV Horwitz yang diperoleh 4.959 hasil tersebut menentukan bahwa hasil presisi masih baik karena nilai RSD lebih rendah dari CV Horwitz. Presisi pada penentuan boron dalam pupuk organik dapat di katakan baik, dapat di lihat pada Tabel 4.2 besar RSD lebih rendah dari CV Horwitz.

#### 4.2.4. Akurasi boron

Penentuan akurasi dapat di lakukan dengan perhitungan % Recovey. Hasil % Recovery dperoleh dari larutan sampel yang ditambah dengan larutan standar yang disebut larutan *spike*. Hasil absorbansi dari larutan *spike* dapat dilihat pada Tabel 4.4.

**Tabel 4.4 Akurasi dan hasil perhitungan Recovery**

Pengulangan	A 1	C 1	A 2	C 2	%Recovery
1	0,177	1,3780	0,161	1,2639	28,52
2	0,176	1,3709	0,158	1,2425	32,10
3	0,172	1,3424	0,155	1,2211	30,32
4	0,169	1,3210	0,153	1,2068	28,55
5	0,165	1,2924	0,150	1,1854	26,75
6	0,161	1,2639	0,147	1,1641	24,95
7	0,161	1,2639	0,148	1,1712	23,17
Rata-rata	0,1687	1,3189		1,2079	27,75

$$\% \text{ Recovery} = \frac{(C_{\text{sampel}} + \text{spike}) - C_{\text{sampel}}}{C_{\text{target}}} \times 100\%$$

**Keterangan :**

- A 1 : absorbansi contoh + spike
- A 2 : absorbansi contoh
- C 1 : konsentrasi spike + contoh
- C 2 : konsentrasi contoh

Spike yang ditambahkan dari larutan standar boron 100 ppm, sehingga menghasilkan % Recovery sebesar 27,75 %. Hasil yang diperoleh kurang sesuai karena tidak masuk ke dalam kisaran persentase recovery yang baik yaitu 80-110 % (Sumardi, 2002), Hal tersebut dapat dipengaruhi oleh volume larutan standar boron yang ditambahkan terlalu banyak yaitu 0,2 mL sehingga hasil C target terlalu besar, saat dilakukan perhitungan % Recovery, hasil yang diperoleh di bawah standar.

**4.3 Penentuan kadmium dalam pupuk organik**

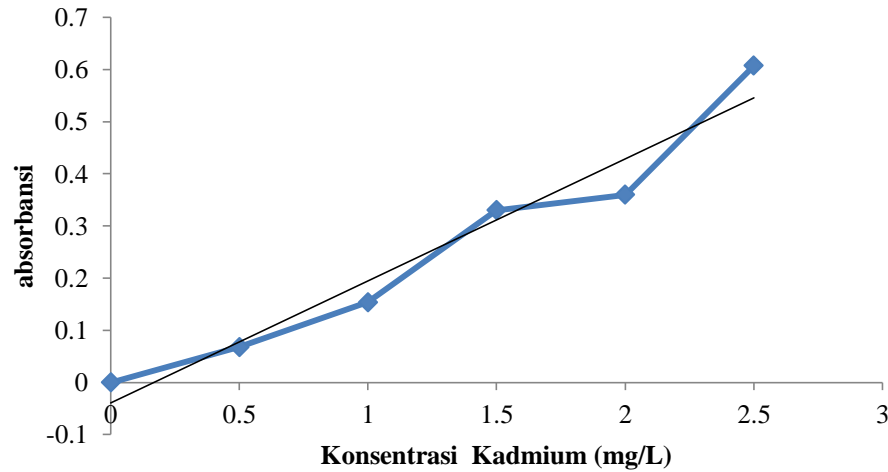
Ekstrak pupuk yang sudah dingin diencerkan terlebih dahulu pada labu ukur 50 mL, kemudian di saring menggunakan kertas saring whatman 41. Setelah disaring diukur absorbansi maksimum sampel untuk kadmium (Cd) menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA).

**Tabel 4.5 Data Pengukuran Absorbansi Larutan Standar Kadmium**

Konsentrasi larutan standar (mg/L)	Absorbansi
0	0
0,5	0,0677
1	0,1536
1,5	0,3304
2	0,3597
2,5	0,6073

Berdasarkan data absorbansi larutan standar kadmium, dapat dibuat kurva kalibrasi antara larutan standar kadmium dengan absorbansi dari larutan standar mangan. Persamaan garis yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung

konsentrasi sampel sebagai ppm kurva. Kurva kalibrasi dapat dilihat pada Gambar 4.3.



**Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Kadmium**

Persamaan garis  $y = 0,2337x - 0,039$  diperoleh dari kurva kalibrasi larutan standar boron, dengan koefisien korelasi ( $r$ ) 0,9513 dan koefisien determinasi ( $R^2$ ) 0,9050. Koefisien korelasi menunjukkan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi, sementara nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) menunjukkan kedekatan garis regresi linear dengan titik data sebenarnya. Konsentrasi yang telah diperoleh dari persamaan garis, kemudian disubstitusikan ke dalam rumus (Penentuan Cd). Kandungan kadmium dalam pupuk organik dihitung dengan rumus penentuan kadar kadmium tersebut, sehingga dapat diperoleh hasil pada Tabel 4.6.

**Tabel 4.6 Penentuan Kadar Kadmium pada Pupuk Organik**

<b>Kode sampel</b>	<b>Struktur</b>	<b>Pengulangan 1 (mg/L)</b>	<b>Pengulangan 2 (mg/L)</b>	<b>Rata rata kadar Cd (mg/L)</b>
PO.17.003	Remah / gurah	0,0186	0,0185	0,0185
PO.17.004	Remah / gurah	0,1776	0,1849	0,1812
PO.17.005	Remah / gurah	0,1261	0,1264	0,1263
PO.17.024	Cair	0,1681	0,1694	0,1687
PO.17.025	Cair	0,1685	0,1685	0,1685
PO.17.026	Cair	0,1685	0,1694	0,1689
PO.17.027	Cair	0,1689	0,1698	0,1694
PO.17.028	Cair	0,1719	0,1711	0,1715
PO.17.029	Cair	0,1677	0,1689	0,1683

Menurut persyaratan teknis yang diatur oleh Menteri Pertanian yang tertuang dalam surat Keputusan Menteri Pertanian Nomor 28 tahun 2009, kandungan kadmium dalam pupuk organik yang diperbolehkan adalah < 2,5 ppm untuk pupuk cair dan < 10 ppm untuk remah / gurah. Sehingga dapat diketahui bahwa kandungan kadmium pada sampel pupuk organik PO.17.003 masih berada dalam rentang syarat mutu.

#### **4.3.1. Limit Deteksi Kadmium**

Pada penentuan kadmium didalam pupuk organik menggunakan metode spektrofotometer serapan atom limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ) perlu ditentukan untuk mengetahui metode yang digunakan baik atau tidak, penentuan LOD dan LOQ dapat ditentukan menggunakan rumus penentuan Limit Deteksi (halaman 26) dan dari rumus tersebut didapatkan hasil pada Tabel 4.7.

**Tabel 4.7 Nilai LOD dan LOQ Kadmium**

Konsentrasi standar (ppm)	Abs (y)	Abs (yi)	(y-yi)^2
0	0,0000	-0,0390	0,0015
0,5	0,0677	0,0778	0,0001
1	0,1536	0,1947	0,0017
1,5	0,3304	0,3115	0,0004
2	0,3597	0,4283	0,0047
2,5	0,6073	0,5452	0,0039
<b>Jumlah</b>			0,0122
		<b>LOD</b>	0,1571
		<b>LOQ</b>	0,5237

Hasil yang di dapatkan menunjukkan bahwa semua konsentrasi sampel berada diatas nilai LOD dan LOQ yang dapat disimpulkan metode yang digunakan berarti baik.

#### 4.3.2. Linearitas Kadmium

Linieritas perlu ditentukan pada penentuan kandungan kadmium didalam pupuk organik untuk mengetahui baik tidaknya metode yang di gunakan. Nilai koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi ( $R^2$ ) yang didapat dari absorbansi pengukuran larutan standar menggunakan dan didapatkan kurva kalibrasi, sehingga didapat nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0,9513 dan koefisien determinasi ( $R^2$ ) sebesar 0,9050. Dari hasil yang didapatkan dapat dilihat bahwa penentuan kandungan kadmium dalam pupuk organik memiliki ketelitian yang kurang baik karena nilai koefisien kurang dari 0,995.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penentuan kandungan boron dan kadmium pada pupuk organik dapat di simpulkan bahwa :

1. Nilai LOD dan LOQ pada penentuan kandungan boron pada pupuk organik sebesar 0,017 mg/L dan 0,057 mg/L, koefisien determinasi sebesar 0,9817 yang memiliki ketelitian kurang baik karena kurang dari 0,995, presisi masih dinyatakan baik karena nilai RSD masih di bawah CV Horwitz, dan nilai akurasi sebesar 27,75% yang berarti kurang sesuai karena tidak masuk dalam presentasi yang baik.
2. Nilai LOD dan LOQ pada penentuan kandungan kadmium pada pupuk organik sebesar 0,1571 mg/L dan 0,5237 mg/L dan nilai koefisien determinasi sebesar 0,9050 yang memiliki ketelitian kurang baik karena kurang dari 0,995.
3. Kandungan boron dalam pupuk dengan konsentrasi 1,2079 ppm. Kandungan kadmium pada pupuk padat 0.0185;0.1812;0.1263 ppm, pada pupuk cair 0.1687;0.1685;0.1686;0,1694;0.1715;0.1683 ppm, hasil dari berbagai sampel sesuai peraturan SK Mentan No:28/Permentan/SR.30/B/2009.

#### **5.2 Saran**

1. Sebaiknya dilakukan pembuatan larutan standar secara berkala sehingga larutan standar tidak digunakan hingga beberapa bulan.
2. Dilakukan validasi metode terhadap analisis rutin yang telah dilakukan di Laboratorium BPTP Yogyakarta.



## DAFTAR PUSTAKA

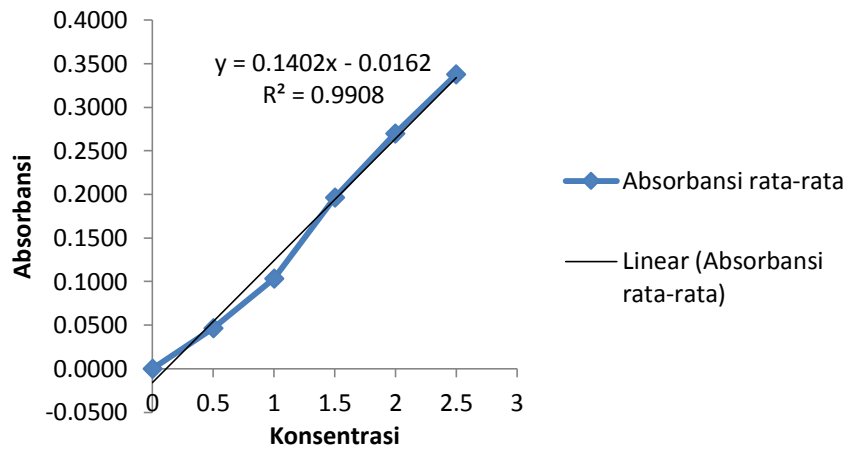
- Al Ansori, J. 2005. *Materi Ajar Spektrometri Serapan Atom*. Bandung: Universitas Padjajaran.
- Alloway BJ. 1990. *Heavy Metals in Soils*. London: J Wiley.
- Achmad, R. 2004. *Kimia Lingkungan*. Yogyakarta: Andi.
- Basset , J., Denney, R. C., Jeffrey, G. H., & Mendhom, J. 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: EGC.
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI Press.
- Day, R. A., & Underwood, A. L. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Ervina N.H, 2013. *Perbandingan Metode Dekstruksi pada Analisis Pb dalam Rambut dengan AAS*. Semarang. Skripsi.
- El Hadidhy, H. T. 2009. *Penentuan Kadar Boron Dalam Tanah Secara Spektrofotometri dengan Pereaksi Azometine-H*. Medan. *Karya Ilmiah*.
- Foth, H. D. 1984. *Dasar- Dasar Ilmu Tanah*. Terjemahan Purbayanti, E. D. Dwi R. L. Rayahayuning T. Gajah Mada University Press: Yogyakarta.
- Hadisuwito, S. 2008. *Membuat Pupuk Kompos Cair*. Jakarta: PT Agromedia Pustaka.
- Haswell, S. J. 1991. *Atomic Absorbtion Spectrometry Theory Design And Application*. New York : Elsevier Science Publishing Company Inc.
- Hendayana, S., Asep, K., Sumarna, A. A., dan Asep, S., 1994, *Kimia Analitik Instrumen*, edisi kesatu, Semarang: IKIP Semarang Press.
- Kantasubrata, J. 2005. *Validasi Metode dalam Materi Seminar*. Bandung : LIPI.
- Jones LHP, dan Jarvis SC. 1981. *The Fate of Heavy Metals*. New York: John Wiley.
- Laegreid M, Bockman OL, dan Karstad O. 1999. *Agriculture, Fertilizer, & The Environment*. Norway: Cabi.
- Leep NW. 1981. *Effect Heavy Metal Pollution on Plant*. London: Applied Science.
- Lagerwerff, J.P. 1972. *Lead, Mercury, and Cadmium as Environmental Contaminant*. In Mortverd, P.M. Giardano and W.L. Linsay (eds). *Micronutrient in Agriculture Soil science*. Madison, Inc. Wisconsin. USA.

- Mukhlis, Sarifuddin, dan Hanum. 2011. *Kimia Tanah*. Medan: USU Press.
- Mulja, 1995, *Analisis Instrumental*, Surabaya: Airlangga University Press.
- Musnamar, E.I. 2003. *Pupuk Organik Cair dan Padat, Pembuatan, Aplikasi*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Prihandarini, R. 2004. *Manajemen Sampah*. Jakarta: Penerbit PerPod.
- Rinsema, W. T. 1993. *Pupuk dan Cara Pemupukan*. Jakarta: Bharata Karya Aksara.
- Rahardjo.M, Rosita SMD, Darwati. I., 2001. *Warta Tumbuhan Obat Indonesia*. Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Obat. Bogor.
- Riyanto, 2014, *Validasi dan verifikasi Metode Uji*, Yogyakarta: Penerbit Deepublish.
- Rosmarkam, A., & Yuwono, N. W. 2005. *Ilmu Kesuburan Tanah*. Yogyakarta: Kanisius.
- Sastrohamidjojo, H., 2001, *Dasar-Dasar Spektroskopi*, Yogyakarta: Liberty.
- Subowo, Mulyadi S., Widodo, dan Nugraha Asep, 1999. *Status dan Penyebaran Pb, Cd, dan Pestisida pada Lahan Sawah Intensifikasi di Pinggir Jalan Raya*. Prosiding. Bidang Kimia dan Bioteknologi Tanah, Puslittanak, Bogor
- Sumardi, 2002. *Validasi Metode Pengujian*. Pusat Standardisasi dan Akreditasi Sekertariat Jendral Departemen Pertanian. Jakarta.
- Suriadikarta, A.D, dan Setyorini D. 2005. *Baku Mutu Pupuk Organik*. <http://balittanah.litbang.depta.go.id/dokumentasi/buku/pupuk/pupuk11.pdf> (diakses tanggal 26 April 2016)
- Skoog. D. A., Donald M West, F. James Holler, Stanley R Crouch.2000. *Fundamentals Of Analytical Chemistry*. Brooks Cole: Publisher.
- Sutedjo, M. M. 2010. *Pupuk dan Cara Pemupukan*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Synkowski, E.C.C. 2004. *Breeding consederation for improving cadmium and zink hyperaccumulation in two Thlapi caerulescens population*. Thesis. University of Maryland, USA. 121p.

## Lampiran 1

### 1. Penentuan kandungan boron

#### Absorbansi rata-rata



---

Kepekatan standar B (ppm)	Absorbansi rata-rata
0	0.0000
0.5	0.0466
1	0.1034
1.5	0.1966
2	0.2701
2.5	0.3380

---

Ppm kurva

Slope = 0,1402

Intersep = -0.0162

## 2. Penentuan kadar boron dalam pupuk organik

Kadar B (mg/L) = ppm kurva x fp

$$\text{Ppm kurva} = \frac{\text{absorbansi} - \text{intersept}}{\text{slope}}$$

$$\text{Ppm kurva} = \frac{0.161 - (-0.0162)}{0.1402}$$

$$\text{Ppm kurva} = 1.2639 \text{ mg / L}$$

Ppm kurva = Kadar contoh yang di dapat dari kurva hubungan antara deret standar dengan pembacaannya setelah di koreksi blanko.

fp = Faktor pengenceran (jika ada).

$$\begin{aligned} \text{Kadar B mg/L} &= \text{ppm kurva} \times \text{fp} \\ &= 1.2639 \text{ mg/L} \times 1 \\ &= 1.2639 \text{ ppm} \end{aligned}$$

## 3. Penentuan presisi kadar boron dalam pupuk organik

Pengulangan	abs Contoh	Konsentrasi boron (ppm)
1	0,161	1,2639
2	0,158	1,2425
3	0,155	1,2211
4	0,153	1,2068
5	0,150	1,1854
6	0,147	1,1641
7	0,148	1,1712
	rata-rata	1,2079
	SD	0,0372
	%RSD	3,0765
	Cv Horwitz	4,959

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

$$= \sqrt{\frac{\sum 01.2079}{7-1}}$$

$$= 0,0372$$

$$\%RSD = \frac{SD}{rata-rata} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,0372}{1,2079} \times 100 \%$$

$$= 3,0765 \%$$

$$Cv \text{ Horwitz} = 2^{1-0.5 \log c}$$

$$= 2^{1-0.5 \log 1,2079}$$

$$= 4,959$$

#### 4. Data dan contoh perhitungan Limit Deteksi Boron

Ulangan	Absorbansi	Konsentrasi yang di dapat
1	0.044	0.1592
2	0.047	0.1622
3	0.047	0.1622
4	0.047	0.1622
5	0.047	0.1622
6	0.046	0.1612
7	0.048	0.1632
Rata - rata		0.1618
SD		0.0013
3SD		0.0038
LD		0.1656

#### Contoh perhitungan ulangan 1 :

Konsentrasi yang di peroleh :

$$Y = a - bX$$

$$0.044 = 0.1402 + 0.0162x$$

$$x = \frac{0.044 - (-0.0162x)}{0.1402}$$

$$= 0.1592$$

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

$$SD = \sqrt{\frac{\sum 0.45}{7-1}}$$

$$SD = 0.0013$$

$$LD = \text{Nilai rata-rata terkecil} + 3 SD$$

$$= 0.45 \text{ mg/L} + 0.03 \text{ mg/L} = 0.1656 \text{ mg/L}$$

### 5. Uji Akurasi data hasil perhitungan Recovery

Pengulangan	abs 1	C1	abs 2	C2
1	0,177	1,3780	0,161	1,2639
2	0,176	1,3709	0,158	1,2425
3	0,172	1,3424	0,155	1,2211
4	0,169	1,3210	0,153	1,2068
5	0,165	1,2924	0,150	1,1854
6	0,161	1,2639	0,147	1,1641
7	0,161	1,2639	0,148	1,1712
Rata-rata	0.1687	1.3189		1,2079
% Recovery				27.75

#### Keterangan :

Abs 1 : abs contoh + spike

Abs 2 : abs contoh

C1 : konsentrasi contoh + spike

C2 : konsentrasi contoh

Contoh perhitungan pengulangan 1 :

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi spike} &= \frac{\text{absorbansi-intersept}}{\text{sloppe}} \\ &= \frac{0,1687+0,0162}{0,1402} \\ &= 1,3189 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{C Target} &= \frac{v \text{ spike} \times 100}{v \text{ ekstrak}} \\ &= \frac{0,2 \times 100}{50 \text{ mL}} = 0,4\end{aligned}$$

% perolehan kembali (recovery)

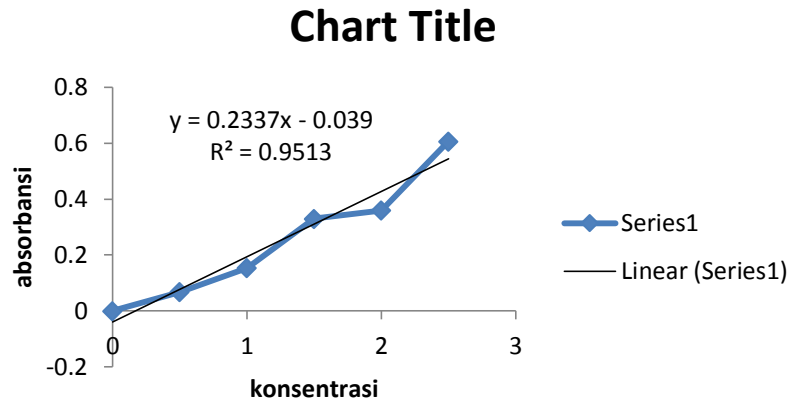
$$\text{Recovery \%} = \left( \frac{C \text{ Sampel} + \text{spike} - C \text{ Sampel}}{c \text{ target}} \right) \times 100\%$$

$$\text{Recovery \%} = \left( \frac{1,3189 - 1,2079}{0,4} \right) \times 100\%$$

$$\text{Recovery \%} = 27,75 \%$$

## Lampiran 2

### 1. Penentuan kandungan Cd



Konsentrasi larutan standar	Absorbansi
0	0
0.5	0.0677
1	0.1536
1.5	0.3304
2	0.3597
2.5	0.6073

Ppm Kurva

Slope = 0.2337

Intersep = -0.0390



2. Penentuan kadar kadmium dalam pupuk organik

$$\text{Kadar Cd (mg/L)} = \text{ppm kurva} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

$$\text{ppm kurva} = \frac{\text{absorbansi} - \text{intercept}}{\text{sloppe}}$$

$$\text{ppm kurva} = \frac{0.0005 - (-0.0390)}{0.2337}$$

$$\text{ppm kurva} = 0.1689 \text{ mg/L}$$

$$\text{fk} \quad \text{PO.17.003} = 0.11$$

$$\text{PO.17.004} = 1.07$$

$$\text{PO.17.005} = 0.73$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar Cd (mg/L)} &= \text{ppm kurva} \times \text{fp} \times \text{fk} \\ &= 0.1689 \times 1 \times 0.11 = 0,0185 \text{ ppm} \end{aligned}$$

ppm kurva = Kadar contoh yang di dapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacanya setelah di kurangi blngko. (mg/L)

fp = Faktor pengenceran (jika ada).

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

Kode sampel	Pengulangan 1	Pengulangan 2	rata rata
PO.17.003	0,0186	0,0185	0,0185
PO.17.004	0,1776	0,1849	0,1812
PO.17.005	0,1261	0,1264	0,1263
PO.17.024	0,1681	0,1694	0,1687
PO.17.025	0,1685	0,1685	0,1685
PO.17.026	0,1685	0,1694	0,1689
PO.17.027	0,1689	0,1698	0,1694
PO.17.028	0,1719	0,1711	0,1715
PO.17.029	0,1677	0,1689	0,1683

### Lampiran 3

No	Parameter	Satuan	Persyaratan				
			Geanul/Pelet		Cair/Pasta	Remah/Gurah	
			Murni	Diperkaya Mikroba		Murni	Diperkaya mikroba
1.	C-organik	%	>12	>12	≥4	≥12	≥12
2.	C / N Rasio		15-25	15-25		15-25	15-25
3.	Bahan ikutan (plastik, kaca, kerikil, endapan)	%	<2	<2	<2	<2	<2
4.	Kadar Air	%	4-15*)	10-20*)	-	15-25*)	15-25*)
5.	Kadar logam berat						
	As	ppm	≤10	≤10	≤2,5	≤10	≤10
	Hg	ppm	≤1	≤1	≤0,25	≤1	≤1
	Pb	ppm	≤50	≤50	≤12,5	≤50	≤50
	Cd	ppm	≤10	≤10	≤2,5	≤10	≤10
6.	pH		4-8	4-8	4-8	4-8	4-8
7.	Kadar total						
	N	%	<6****	<6****	<2	<6****	<6****
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	%	<6**	<6**	<2	<6**	<6**
	K <sub>2</sub> O	%	<6**	<6**	<2	<6**	<6**
8.	Mikroba kontaminan						
	(E-coli, salmonella sp)	cfu/g; cfu/ml	<10 <sup>2</sup>	<10 <sup>2</sup>	<10 <sup>2</sup>	<10 <sup>2</sup>	<10 <sup>2</sup>
9.	Mikroba fungsional (penambat N, pelarut P, dll)	cfu/g; cfu/ml	-	>10 <sup>2</sup>	-	-	>10 <sup>2</sup>
10.	Ukuran butiran	mm	2-5 (min 80%)	2-5 (min 80%)	-	-	-
11.	Kadar unsur mikro						

	Fe total	ppm	Min 0, maks 8000	Min 0, maks 8000	Min 0, maks 800	Min 0, maks 8000	Min 0, maks 8000
	Mn	ppm	Min 0, maks 5000	Min 0, maks 5000	Min 0, maks 1000	Min 0, maks 5000	Min 0, maks 5000
	Cu	ppm	Min 0, maks 5000	Min 0, maks 5000	Min 0, maks 1000	Min 0, maks 5000	Min 0, maks 5000
	Zn	ppm	Min 0, maks 5000	Min 0, maks 5000	Min 0, maks 1000	Min 0, maks 5000	Min 0, maks 5000
	B	ppm	Min 0, maks 2500	Min 0, maks 2500	Min 0, maks 500	Min 0, maks 2500	Min 0, maks 2500
	Co	ppm	Min 0, maks 20	Min 0, maks 20	Min 0, maks 5	Min 0, maks 20	Min 0, maks 20
	Mo	ppm	Min 0, maks 10	Min 0, maks 10	Min 0, maks 1	Min 0, maks 10	Min 0, maks 10

Keterangan:

\*) kadar air berdasarkan bobot asal

\*\*) bahan-bahan tertentu yang berasal dari bahan organik alami diperbolehkan ,  
mengandung kadar P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dan K<sub>2</sub>O >6% (dibuktikan dengan hasil laboratorium)

\*\*\*) N-total = N-organik+N-NH<sub>4</sub>+N-NO<sub>3</sub>; Nkjeldahl=N-organik+N-NH<sub>4</sub>; C/N. N=N-  
total

Sumber: Peraturan SK Mentan No:28/Permentan/SR.30/B/2009 (Balai Penelitian  
Tanah , 2009.