

STUDI OPTIMASI PENENTUAN UNSUR HARA BESI DALAM CAMPURAN TANAH DAN KOMPOS MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI

Refilda, Suhartini and Indrawati

Laboratorium Kimia Lingkungan, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas, Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163
e-mail: refilda_59@yahoo.com

ABSTRACT

Determination of iron nutrient content in a mixture of soil and compost with spectrophotometric method has been carried out. Metal ions Fe(II) complexed with 0.1% ortho-fenantrolin 2 mL, 0.01 M citric acid as reducing agent using acetat buffer at pH 4.5 and its complex was measured by using spectrophotometer UV/Vis at wavelength 515 nm, the complex stability for was 60 minutes . The highest nutrient of iron with content in soil:compost with ratio of 0.8:0.2 was 0.92% at incubation time 30 days. The lowest iron content in the mixture of soil:compost (1:0) at incubation time for 15 days was 0.58% that obtained by the regression equation $y = 95.85x + 0.025$ with $R^2=0.992$. The level of nutrient iron in compost obtained lower than the maximum regulated by SNI 2.00%.

Keywords: *compost, soil, nutrient element iron, UV/Vis*

PENDAHULUAN

Pengembangan pertanian saat ini lebih banyak diarahkan pada pemanfaatan lahan yang mempunyai produktivitas sangat rendah. Sehingga dibutuhkan pemeliharaan dan peningkatan kandungan bahan organik tanah dalam sistem produksi pertanian. Peningkatan bahan organik terhadap tanah dapat dilakukan dengan cara pemberian pupuk. Pupuk yang biasa digunakan ialah pupuk organik dan pupuk anorganik. Pupuk anorganik jika digunakan berkali-kali maka dapat merusak kualitas tanah, sehingga pupuk organik lebih cocok digunakan dalam memperbaiki kualitas tanah. Selain itu, pupuk organik tidak merusak lingkungan. Salah satu pupuk organik yang digunakan ialah pupuk kompos. Pupuk kompos merupakan pupuk organik yang dibuat dari daun-daunan, jerami, alang-alang, rumput-rumputan, dedak padi, batang jagung, serta kotoran hewan yang telah mengalami proses dekomposisi oleh mikro organisme pengurai, sehingga dapat dimanfaatkan untuk memperbaiki kualitas tanah.

Pemanfaatan sampah organik perkarangan sebagai bahan pembuat kompos dengan aktifator EM4 sudah dilakukan. Pada kompos yang telah dibuat tersebut telah ditentukan unsur-unsur hara seperti Zn, Cu, dan Pb menggunakan metode SSA (Spektrofotometri Serapan Atom)^[1].

Unsur-unsur hara yang lain ialah logam Fe. Dimana pada penelitian sebelumnya telah ditentukan kandungan logam Fe dalam kompos yang dibuat dari tandan kelapa sawit menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)^[2].

Logam Fe ini juga dapat dianalisa menggunakan spektrofotometri UV/Vis. Penelitian terdahulu menggunakan pengompleks orto-fenantrolin dan 1,10 penantolin hidroklorida untuk melakukan analisa^[3,4]. Logam Fe didalam tanah dalam bentuk Fe(II), sehingga dibutuhkan pereduksi untuk membentuk Fe(II). Logam Fe didalam tanah berfungsi sebagai pelaksana pemindahan elektron dalam proses metablisme dan pada tanaman berfungsi sebagai membentuk zat hijau daun pada klorofil. Tanah sebagai media pertumbuhan

tanaman dapat pula tercemar oleh logam berat. Logam berat yang terkandung dalam tanah tersebut akan berpengaruh terhadap kandungan unsur yang ada pada tanaman^[5].

Orto-fenantrolin merupakan reagen organik dengan $M_r = 198,22$ g/mol. Fe(II) dapat dianalisa pada panjang gelombang 515 nm^[3]. Fe(II) dengan orto-fenantrolin memiliki warna kompleks merah jingga. Kompleks yang terbentuk stabil pada pH 2-9 dan stabil pada waktu yang cukup lama yakni selama 60 menit^[6].

Penelitian kali ini dilakukan untuk menentukan kandungan unsur hara besi dalam campuran tanah dan kompos menggunakan pengompleks orto-fenantrolin dan dianalisa menggunakan spektrofotometri UV/Vis.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan Kimia, Peralatan dan Instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Pupuk kompos yang dibuat dari sampah perkarangan, tanah perkarangan, $C_2H_8N_2$ (p.a) (orto-fenantrolin), $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (p.a) (besi(III)klorida), $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ (natrium asetat hidrat) (teknis), CH_3COOH glacial (asam asetat glacial) (p.a), akuades, dan asam sitrat.

Peralatan yang digunakan spektrofotometer UV/Vis (Genesys 20 Thermo Cientific), neraca analitis (Metler), pH meter (Metler), dan peralatan gelas yang biasa digunakan di laboratorium.

Prosedur Penelitian

Pembuatan Pupuk Kompos dari Sampah Perkarangan

Kompos dibuat dari sampah-sampah organik pekarangan seperti daun-daun segar yang telah dipisahkan dari ranting-ranting pohon. Daun-daun tersebut dipotong dengan ukuran yang lebih kecil dan dihomogenkan, setelah itu disiram dengan air sampai daun-daun tersebut basah. Ditambahkan 25 mL aktifator EM4 dan 25 mL gula aren (1kg/500 mL) untuk 25 kg sampah organik secara merata

dan diaduk, dimasukkan ke dalam komposter dan ditutup. Dilakukan pengadukan sekali seminggu sampai komposnya matang. Kompos yang telah matang diayak dan didapatkan kompos halus.

Pembuatan Variasi Komposisi Campuran Tanah dan Kompos

Sampel tanah dan kompos dicampurkan dengan berat 50 gram dengan variasi komposisi tanah : kompos yaitu 1:0 ; 0,8:0,2 ; 0,6:0,4 ; 0,4:0,6 ; 0,2:0,8 ; 0:1 di dalam gelas plastik. Sampel tersebut di inkubasi dengan variasi waktu (0, 15, 30, 45, 60, dan 75 hari). Sampel yang diinkubasi tersebut disiram setiap pagi.

Penentuan Kadar Air Sampel

Sampel ditimbang 1,0000 gram dalam cawan penguap yang telah diketahui beratnya. Kemudian dipanaskan di dalam oven selama ± 2 jam pada suhu $105^{\circ}C$. Setelah itu didinginkan di dalam desikator. Setelah dingin ditimbang. Lakukan sampai berat penimbangan konstan.

Dekstruksi Sampel

Setiap sampel yang akan diteliti di destruksi terlebih dahulu dengan mengambil masing-masing sampel sebanyak 0,5000 gram dan dimasukkan kedalam labu Kjeldahl, kemudian ditambahkan 5 mL HNO_3 , 0,5 mL H_2O_2 , dan dibiarkan 30 menit supaya bereaksi sempurna, lalu dipanaskan dengan mantel pemanas sampai uap kuning habis dan larutan menjadi jernih, biarkan sampai dingin dan disaring agar mendapatkan ekstrak jernih. Diencerkan hingga volume tepat 50 mL dengan HCl 0,01 M, dikocok hingga homogen. Masing-masing sampel ditentukan kadar airnya.

Pembuatan Larutan Standar $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 0,2 M

Ditimbang 5,4100 gram $FeCl_3 \cdot 6H_2O$. Dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, dilarutkan dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

Pembuatan Larutan Standar $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ 0,2 M

Ditimbang 2,7000 gram $CH_3COONa \cdot 3H_2O$, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. dilarutkan dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar $FeCl_3 \cdot 6H_2O$

Dibuat variasi konsentrasi $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (0 ; 0,002 ; 0,004 ; 0,006, dan 0,008 M), masing-masingnya dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL yang sebelumnya telah dimasukkan terlebih dahulu larutan asam sitrat 0,02 M. Ditambahkan larutan buffer asetat pH 4,5 masing-masingnya sebanyak 5 mL. Kemudian ditambahkan o-fenantrolin 0,1% sebanyak 2 mL. Ditambahkan akuades sampai tanda batas, dikocok sampai homogen dan dibiarkan selama 60 menit. Diukur absorbansi pada panjang gelombang 515 nm.

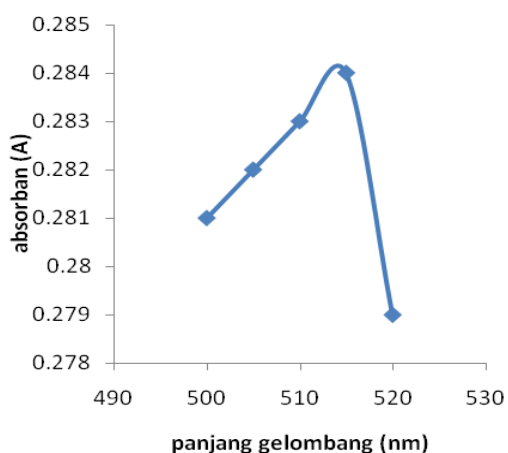
Pengukuran Kadar Unsur Hara Besi pada Sampel

Ke dalam labu 25 mL dimasukkan larutan buffer asetat pH 4,5 sebanyak 5 mL, dan 1 mL sampel hasil dekstruksi campuran kompos dan tanah . 5 mL larutan asam sitrat 0,02 M, dan 2 mL larutan o-fenantrolin 0,1%, diencerkan sampai tanda batas, dan diukur setelah 60 menit pada panjang gelombang 515 nm.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Serapan Maksimum Kompleks Fe(II) Orto-Fenantrolin

Penyerapan maksimum dari Fe(II) orto-fenantrolin dapat dilihat dari Gambar 1.



Gambar 1. Kurva penyerapan maksimum Fe(II)orto-fenantrolin

Dari Gambar 1 dapat terlihat bahwa penyerapan maksimum terjadi pada panjang gelombang 515 nm. Fe(II) dengan pengompleks orto-fenantrolin dapat diserap pada panjang gelombang 515 nm. Orto-fenantrolin ($C_{12}H_8N_2$) merupakan komponen nitrogen heterosiklik yang dapat bereaksi dengan berbagai jenis logam, seperti besi untuk membentuk kompleks berwarna kuat.⁷ Reaksi yang terjadi antara Fe(II) dengan orto-fenantrolin ialah sebagai berikut:



Pengaruh pH terhadap Kestabilan Kompleks Fe(II) Orto-Fenantrolin

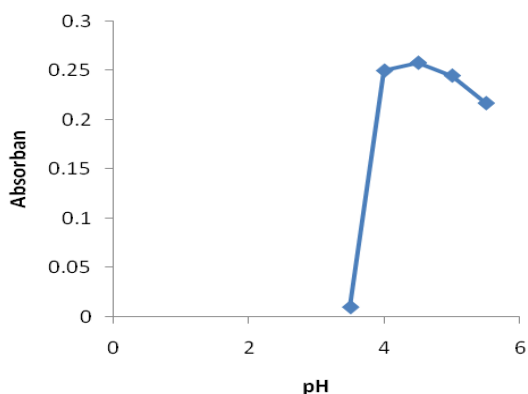
Dalam menentukan pH optimum, ditambahkan buffer asetat ke dalam larutan. Buffer asetat yang digunakan dari range pH 3,5-5,5. Nilai absorbansi dapat dilihat dari grafik di Gambar 2. Dari grafik terlihat bahwa kestabilan kompleks dari Fe(II)orto-fenantrolin pada pH 4,5. Jika pH yang diberikan besar dari 4,5 maka akan terbentuk endapan dan akan menghambat penyerapan yang terjadi. Hal ini dapat ditinjau dari nilai $K_{sp} Fe(OH)_2$ sebesar $7,9 \times 10^{-15}$.

Waktu Kestabilan Kompleks Fe(II)Orto-Fenantrolin

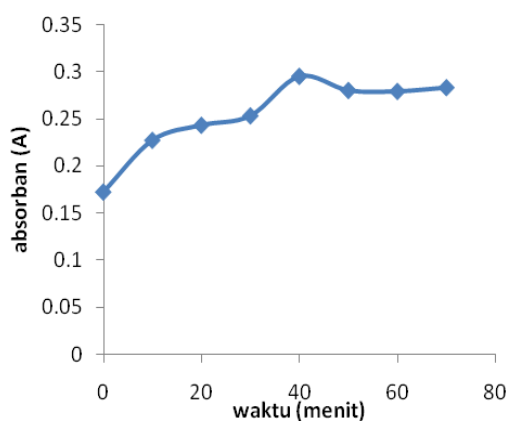
Tujuan waktu pengompleks dilakukan untuk menentukan kestabilan kompleks Fe(II)orto-fenantrolin. Dimana kita tahu bahwa suatu senyawa dapat dikomplekskan dengan pengompleks yang spesifik pada waktu tertentu. Data yang didapat dapat dilihat pada Gambar 3. Waktu kestabilan kompleks dapat berlangsung selama 60 menit. Hal ini disebabkan karena kompleks antara Fe(II) dengan orto-fenantrolin stabil setelah 60 menit.

Pengaruh Jumlah Volume Orto-Fenantrolin terhadap Kompleks yang terbentuk

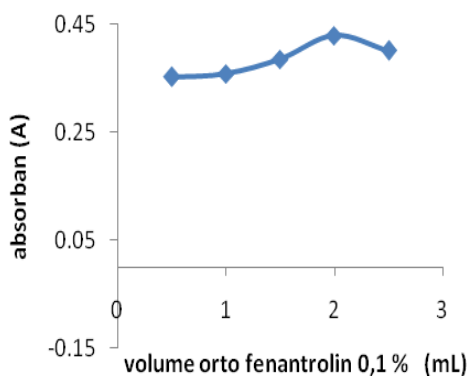
Divariasikan volume orto fenantrolin bertujuan untuk menentukan berapa volume maksimal pengompleks yang cocok untuk mengomplekskan logam Fe di dalam suatu sampel sehingga kita dapat menghasilkan penyerapan maksimal yang terjadi. Data yang didapat dapat dilihat pada kurva di Gambar 4.



Gambar 2. Kurva pengaruh pH terhadap kestabilan kompleks Fe(II)



Gambar 3. Kurva pengaruh waktu terhadap kestabilan kompleks orto-Fe(II)



Gambar 4. Kurva pengaruh variasi jumlah orto-fenantrolin terhadap kestabilan kompleks Fe(II) orto-fenantrolin

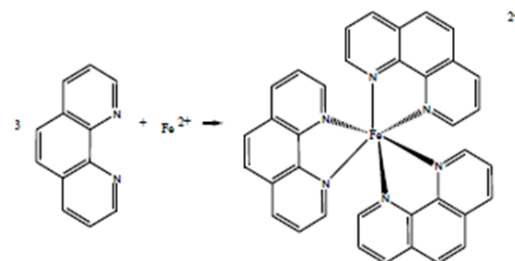
Penyerapan maksimum yang terjadi pada volume orto-fenantrolin sebanyak 2 mL. Volume yang lebih besar dari 2 mL

mengalami penurunan absorban. Hal ini terjadi karena pada larutan yang orto-fenantrolin 2,5 mL terdapat suspensi-suspensi. Dimana suspensi-suspensi tersebut dapat menghambat penyerapan cahaya yang terjadi. Cahaya yang dihasilkan bukan diteruskan melainkan dihamburkan sehingga yang terbaca dimonokromator akan sedikit.

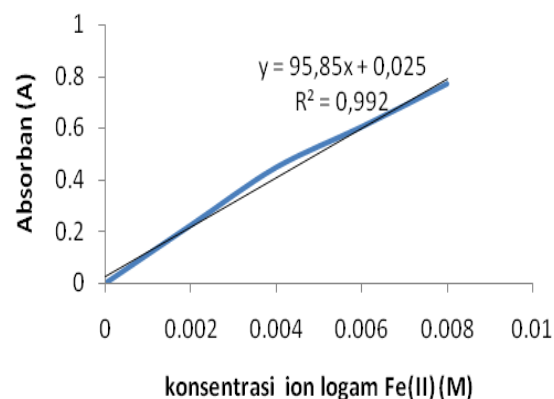
Tiga molekul orto-fenantrolin bergabung dengan satu molekul Fe(II) membentuk ion kompleks berwarna merah jingga seperti ilustrasi pada Gambar 5.

Kurva Kalibrasi Larutan Standar FeCl₃.6H₂O

Konsentrasi yang digunakan untuk membuat kurva kalibrasi standar ialah 0 ; 0,002 ; 0,004 ; 0,006 ; 0,008 M. (Gambar 6). Dari kurva kalibrasi standar didapatkan persamaan regresi $y = 95,85x + 0,025$ dengan $R^2 = 0,992$. Dari persamaan regresi yang dihasilkan maka konsentrasi sampel dapat diketahui. Terdapat kelinieritas antara konsentrasi dengan absorban, yang dibuktikan dengan nilai $R^2=0,992$.



Gambar 5. Reaksi pembentukan kompleks Fe(II) orto-fenantrolin^[8].



Gambar 6. Kurva kalibrasi larutan standar FeCl₃.6H₂O

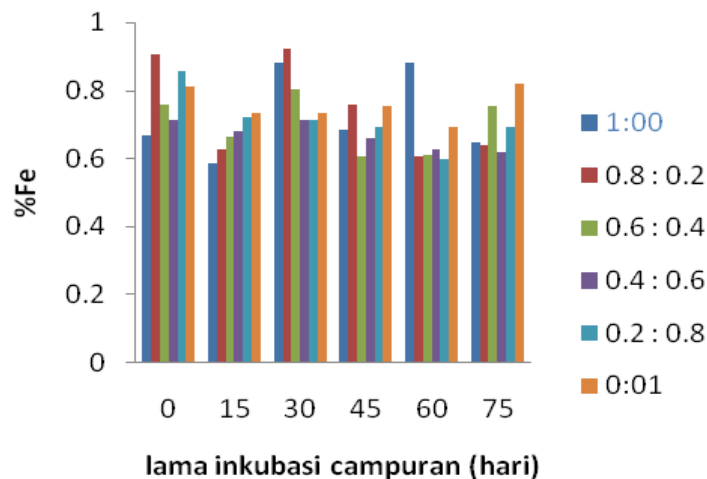
Penentuan Kandungan Unsur Hara Besi dalam Sampel

Penentuan kandungan dalam sampel dilakukan dalam kondisi optimum dengan waktu kestabilan 60 menit, 2 mL orto-fenantrolin, buffer asetat pH 4,5, dengan panjang gelombang 515 nm, dan 0,01 M asam sitrat sebagai pereduksi.

Gambar 7 memperlihatkan kadar unsur hara besi dalam campuran tanah dan kompos selama 75 hari waktu inkubasi. Kadar unsur hara besi yang didapatkan ialah kadar Fe total

dari campuran tanah dan kompos tersebut. Hasil yang didapat tersebut telah memenuhi SNI kompos (SNI 19-7030-2004). Menurut SNI tersebut kandungan Fe maksimal tersebut ialah 2 %.⁹ pH dari buffer asetat yang digunakan 4,5 tersebut sesuai dengan pH tanah yang stabil pada 4,1-4,9.

Terjadi penurunan kadar logam Fe setelah 30 hari disebabkan karena logam Fe didalam tanah tidak stabil dan kandungan unsur hara didalam tanah juga dapat terdegradasi sehingga mengurangi kadar logam Fe yang diinginkan.



Gambar 7. Kandungan unsur hara besi pada sampel dengan berbagai variasi waktu dan perbandingan komposisi. Dimana, ■ = 1:0 (tanah:kompos); ■ = 0,8:0,2 (tanah:kompos); ■ = 0,6:0,4 (tanah:kompos); ■ = 0,4:0,6 (tanah:kompos), ■ = 0,2:0,8 (tanah:kompos); dan ■ = 0:1 (tanah:kompos)

Kandungan unsur hara besi yang tertinggi dapat dilihat pada komposisi tanah:kompos yaitu 0,8:0,2 30 hari waktu inkubasi yakni sebesar 0,92 %. Kandungan unsur hara besi terendah pada campuran tanah : kompos (1:0) pada hari ke 15 sebesar 0,58 %.

KESIMPULAN

Kadar unsur hara besi dalam campuran tanah:kompos tertinggi pada perbandingan 0,8:0,2 sebesar 0,92 % dengan waktu inkubasi 30 hari. Kandungan terendah pada campuran 1:0 pada waktu inkubasi 15 hari yaitu sebesar 0,58 %. Kadar unsur hara besi

yang didapatkan memenuhi SNI kompos yakni maksimal 2,00 %.

DAFTAR PUSTAKA

1. Yuli, A.F., Indrawati, and Refilda. Penentuan Kandungan Unsur Hara Mikro (Zn, Cu, Dan Pb) Didalam Kompos yang Dibuat dari Sampah Tanaman Pekarangan dan Aplikasinya pada Tanaman Tomat (*Solanum lycopersicum Mill*). Jurnal Kimia Unand 2 (2013) 34-40.
2. Muhammad, R.F.Z.Y.H., Indrawati., and Rahmiana, Z. Analisis Warna, Bau, pH,

- Fe, Zn, dan N-Organik pada Kompos yang Dibuat dari Tandan Kelapa Sawit dengan menggunakan Aktivator Lumpur Aktif PT. Bumi Sarimas Indonesia (Cocomas). *Jurnal Kimia Unand* 2 (2013) 36-43.
3. Dragica, L., Zoran, O., Ljubica, F., Dragana, B., Branko, S., Penavin, S., and Slavica, S. Stability Of Tris-1,10-Phenanthroline Iron (II) Complex In Different Composites. *Jurnal Chemical Industry & Chemical Engineering Quarterly* 16 (2010) 193-198.
 4. Tee, ES, Khor, SC., and Siti, MZ. Determination of Iron in Food by the atomic Absorption Spectrophotometric and Colorimetric Methods. *Jurnal Pertanian* 12 (1989) 313-322.
 5. Supriyanto and Zainul K. Penentuan Kadar Cu, Fe, Zn, dalam tanah, tanaman teh, daun teh, dan minuman teh. ISSN 1410-6957 (2006).
 6. Jeffery, G.H., Bassett J., mendham J., Denny R.C., Vogel Textbook of Quantitative Chemical Analysis, Fifth Edition. The School of Chemistry: London (1989).
 7. Sandel, E.B., Colorimetric Determination of Traces of Metals, 3rd ed, Interscience Publishers Inc, London : New York (1959).
 8. Dinararum, R.R and Sugiarto, D. Studi Gangguan Krom (III) pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Tampak. *Jurnal sains dan seni pomits*, 2 (2013) 2337-352.
 9. Badan standarisasi nasional, SNI 19-7030-2004, Spesifikasi Kompos Dari Sampah Organik Domestik