

PENANGANAN DAN ANALISIS SAMPEL TANAH TAMBAK SULFAT MASAM DI LABORATORIUM

Rosiana Sabang

Teknisi Litkayasa pada Balai Penelitian Perikanan Pantai, Maros

PENDAHULUAN

Salah satu jenis tanah yang banyak dijumpai di kawasan pesisir adalah tanah sulfat masam. Keberadaan tanah sulfat masam di kawasan yang sumber airnya mendukung untuk usaha tambak, menyebabkan tanah sulfat masam banyak dikonversi menjadi tambak. Namun demikian, tambak tanah sulfat masam tidak dapat langsung berproduksi atau dengan kata lain produktivitasnya rendah. Hal ini sebagai akibat karakteristik tanah tersebut kurang mendukung untuk usaha tambak seperti: pH rendah dan konsentrasi unsur toksik (Fe, Al) tinggi (Sammut & Mohan, 1996).

Dalam upaya memberdayakan tambak tanah sulfat masam, maka penentuan karakteristiknya harus dilakukan secara lebih akurat dalam upaya menentukan teknik perbaikan tanahnya. Oleh karena itu, hasil analisis tanah tambak tanah sulfat masam sangat diharapkan dapat memberikan gambaran yang jelas tentang karakteristik tanah tersebut. Dengan demikian, penanganan dan analisis sampel tanah sulfat masam perlu mendapat perhatian serius.

POKOK BAHASAN

Berdasarkan pengalaman selama ini, beberapa faktor yang dapat menyebabkan kesalahan dalam analisis di laboratorium adalah: bahan kimia yang tidak murni, sumber daya manusia (analisis) kurang terampil, alat ukur yang kurang akurat, peralatan gelas yang kurang bersih, dan kesalahan pada perhitungan.

- Bahan kimia yang tidak murni atau telah mengalami kontaminasi, atau air yang demineralisasinya masih mengandung ion-ion dapat menyebabkan kurang akuratnya data. Hal ini dapat dihindarkan dengan pembuatan blanko sebagai koreksi hasil.
- Kesalahan dari pelaksana (analisis), yaitu apabila dalam pelaksanaan analisis terdapat data yang agak menyimpang dapat dikoreksi dengan analisis ganda (duplo atau triplo). Dengan cara ini kesalahan dari pelaksana analisis dapat terdeteksi dan juga dapat meningkatkan kinerja analisis.

- Kesalahan yang diakibatkan oleh alat ukur, dalam hal ini dapat dideteksi dengan pengukuran standar. Dengan mengkalibrasi atau standardisasi alat ukur sebelum digunakan sangat menolong perolehan data yang menyimpang.
- Kesalahan yang diakibatkan oleh peralatan gelas yang digunakan untuk analisis merupakan suatu kesalahan yang agak sulit diketahui, karenanya perlu diperhatikan alat-alat (*glass ware*) yang akan digunakan benar-benar bersih. Peralatan gelas yang akan digunakan sebaiknya direndam dulu dengan HNO_3 5%-10% lalu dicuci dan dibilas dengan akuades.
- Kesalahan perhitungan sangat berakibat fatal dan kesalahan ini meliputi kesalahan faktor-faktor penggali, pembagi, pengenceran, penimbangan, dan konversi bentuk senyawa atau unsur. Oleh karena itu, dalam menghitung hasil analisis perlu diperhatikan satuan yang akan digunakan dan penguasaan metode analisis yang dipakai.

Penanganan tanah sulfat masam di Laboratorium Tanah Balai Penelitian Perikanan Pantai, meliputi: persiapan contoh dan analisis di laboratorium (kadar air, bahan organik total, pH_{KCl} , pH_{Ox} , TAA, TPA, TSA, S_{KCl} , S_{p} , S_{pos} , dan pyrit). Khusus untuk analisis sembilan peubah yang disebut terakhir, memerlukan tiga langkah penting (Ahern *et al.*, 1998): (1) Ekstrak tanah dengan KCl 1 M untuk menentukan sulfur yang dapat larut dan terserap (S_{KCl} %) serta *Total Actual Acidity* (TAA) dalam tanah. (2) Oksidasi tanah dengan hidrogen peroksida untuk menghasilkan kemasaman maksimal dari beberapa material sulfidik yang tereduksi. Konsentrasi sulfur (sulfat) (S_{p} %) dan *Total Potential Acidity* (TPA) dapat ditentukan dari larutan ekstrak KCl 1 M dan H_2O_2 tersebut. (3) Perbedaan antara langkah pertama dan kedua, yaitu pengurangan antara S_{p} % - S_{KCl} % ialah S_{pos} % merupakan Sulfur yang membahayakan, sedangkan $\text{TPA} - \text{TAA}$ ialah TSA (*Total Sulfidic Acidity*).

PERSIAPAN SAMPEL

Sampel tanah sulfat masam yang diambil dengan menggunakan bor tanah harus segera dimasukkan

ke dalam plastik klip, untuk meminimalkan sampel tersebut kontak dengan udara dan mencegah berkurangnya kadar air sampel tanah. Yang paling penting juga dalam penanganan sampel tersebut adalah pemberian label yang tidak mudah hilang oleh air maupun panas, supaya sampel tanah tersebut akan mudah dikenal sampai kapan pun. Sampel tanah ditempatkan dalam wadah yang dingin (misalnya *cold box* yang diberi es), idealnya di bawah suhu 4°C untuk mengurangi kemungkinan oksidasi senyawa sulfida (Ahern & Blunden, 1998). Sampel tanah tersebut diperlakukan sedemikian rupa sehingga proses oksidasi seminimal mungkin selama penyimpanan dan pengangkutan ke laboratorium.

Sampel tanah sulfat masam yang akan dianalisis di laboratorium dikering-ovenkan pada suhu 80–85°C selama 48 jam lalu ditumbuk dengan lumpang porselin dan diayak dengan ukuran < 2 mm. Sampel tersebut disimpan dalam wadah yang harus diberi label.

PROSEDUR ANALISIS DI LABORATORIUM

Kadar Air

Cara konvensional untuk menentukan kelembaban tanah adalah dengan metode gravimetri sebagai berikut (Anonim, 1998; Menon, 1973; Rayment & Higginson, 1992):

- ♦ Piringan aluminium diovenkan pada suhu 105°C lalu didinginkan dalam desikator dan ditimbang bobotnya (A).
- ♦ Sampel tanah ditimbang ke dalam wadah yang sudah diketahui bobotnya (B), lalu dikeringkan dalam pengering listrik dengan suhu 105°C selama 24 jam, dan didinginkan dalam desikator.
- ♦ Setelah dingin, wadah dan contoh tadi ditimbang lagi (C).
- ♦ Kadar air dihitung dengan rumus:

$$\% \text{ Kadar air} = \frac{(B - A) - (C - A)}{(B - A)} \times 100\%$$

Bahan Organik Total

Bahan organik total (BOT, TOM, (*Total Organic Matter*)) diduga sebagian merupakan cemaran di lingkungan perairan, khususnya di lokasi akuakultur (Jaya *et al.*, 1994). Limbah feses dan pengendapan plankton yang mengalami akumulasi dalam tanah

utamanya tanah tambak adalah sumber bahan organik di tambak.

Bahan organik yang terdapat dalam tanah sulfat masam pada umumnya dianalisis dengan metode gravimetri. Dengan demikian, keakuratan bobot yang diperoleh dengan menggunakan timbangan berketelitian tinggi sangat menunjang hasil yang diperoleh. Sebab dalam metode ini semua bahan organik dianggap *volatile* (menguap) bila dibakar pada suhu 600°C selama 20 menit (Melville, 1993). Selisih bobot antara bahan yang belum dibakar dengan yang sudah dibakar dianggap sebagai konsentrasi bahan organik total. Konsentrasi bahan organik total dalam tanah sulfat masam dinyatakan dalam satuan persen bobot kering.

Cara kerja:

- ♦ Timbang cawan porselin yang sudah dibersihkan dan diovenkan pada suhu 105°C dan didinginkan dalam desikator (A).
- ♦ Masukkan sampel tanah yang sudah dihaluskan ke dalam cawan lalu bobotnya dicatat (B).
- ♦ Masukkan cawan dan contoh tadi ke dalam oven, panaskan pada suhu 105°C selama minimal tiga jam lalu didinginkan di dalam desikator lalu ditimbang (C).
- ♦ Selanjutnya dimasukkan ke dalam tanur dengan pemanasan suhu 600°C selama 20 menit atau sampai semua karbonnya hilang, dinginkan dalam desikator lalu timbang (D).
- ♦ Hitung bahan organik total dengan rumus:

$$\% \text{ BOT} = \frac{C - D}{B - A} \times 100\%$$

Pengukuran Derajat Kemasaman

Pengukuran derajat kemasaman didahului dengan melakukan pengestrakan contoh tanah mengikuti langkah-langkah sebagai berikut:

1. Timbang dengan akurat 2,5 g contoh tanah kering oven ke dalam botol kocok, tambahkan 25 mL KCl 1M (1 : 10) lalu kocok dengan mesin pengocok selama 30 menit, biarkan semalam. Keesokan harinya dikocok lagi \pm 30 menit lalu *disentrifuge* atau disaring sampai larutan jernihnya terpisah. Larutan jernih atau hasil ekstrak tersebut diukur pH-nya sebagai pH_{KCl}, juga sulfurnya dianalisis sebagai S_{KCl} % dan TAA.
2. Timbang dengan akurat 2,5 g sampel tanah kering oven ke dalam gelas piala kemudian tambahkan

KCl 1 M sebanyak 25 mL (1:10) lalu wadah dan sampel serta KCl 1 M tadi ditimbang (dicatat) untuk mengetahui volume awal yang nantinya akan menjadi acuan volume terakhir yang akurat. Tambahkan H₂O₂ 30% sebanyak 5 mL lalu dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu 55–60°C. Apabila bereaksi atau terjadi didih yang sangat keras, maka segera semprotkan akuades secara perlahan sampai reaksi agak reda. Setelah reaksi reda dan larutan sudah mulai berkurang maka penambahan H₂O₂ 30% dilakukan lagi, begitu seterusnya sampai pada penambahan terakhir dan tidak menimbulkan reaksi yang keras lagi. Apabila tidak menimbulkan reaksi yang keras berarti oksidasi sudah sempurna. Pemanasan dilanjutkan dengan suhu yang sedikit ditingkatkan sampai 80–85°C (jangan sampai larutan mendidih) sampai larutan jernih berkurang dan tidak ada lagi didih. Kemudian gelas piala diangkat dari *hot plate*, setelah dingin kemudian ditimbang dan ditambahkan akuades sampai bobotnya sama dengan bobot awal tadi yaitu sebelum penambahan H₂O₂. Kocok larutan tersebut lalu biarkan semalam, pisahkan larutan dan endapannya, dari larutan tersebut dianalisis sulfurnya sebagai S_p% dan untuk penentuan TPA-nya

$$3. S_{POS} \% = S_p \% - S_{KCl} \%$$

$$TSA = TPA - TAA$$

pH_{KCl}

pH_{KCl} ialah pH yang diukur dari larutan hasil ekstrak tanah dan KCl 1 M dengan perbandingan 1:10, perbandingan ini sudah dapat melarutkan gipsum kristal yang terjadi secara alami di dalam tanah sulfat masam sampai pada konsentrasi yang terendah. Namun perbandingan ini dapat diperbesar apabila dalam tanah tersebut terkandung gipsum yang lebih tinggi kadang-kadang sampai 1:50 pada konsentrasi gipsum >3,15%. Menurut McElnea & Baker (1998), daya larut gipsum dalam akuades hanya 0,2%; sedangkan dalam KCl 1 M gipsum dapat larut dengan sempurna.

pH_{ox}

pH_{ox} ialah pH yang diukur dari hasil ekstrak sampel tanah dengan KCl 1 M dan H₂O₂. Tujuan dari ekstrak tanah sulfat masam dengan H₂O₂ ialah

untuk mendapatkan kemasaman maksimal dari semua bahan-bahan pembentuk sulfidik dalam tanah

Total Actual Acidity

Total Actual Acidity (TAA) diukur dari hasil saringan atau larutan jernih dari ekstrak tanah dengan KCl 1 M.

Cara kerja: Pipet 10 mL larutan jernih dari ekstrak tanah dan KCl 1 M ke dalam gelas piala lalu diukur pH-nya. Apabila pH larutan atau pH_{KCl} tadi 5,5 atau di atas 5,5 maka tidak terdapat kemasaman aktual, namun apabila pH_{KCl} kurang dari 5,5 maka larutan tersebut dititrasi dengan NaOH 0,05 M sampai mencapai titik akhir yaitu pH 5,5.

Total Potential Acidity

Total Potential Acidity (TPA) diukur dari hasil saringan ekstrak tanah dengan H₂O₂.

Cara kerja: Pipet larutan jernih dari ekstrak H₂O₂ sebanyak 10 mL, diukur pH-nya, apabila di bawah 5,5 maka segera dititrasi sampai mencapai pH 5,5.

Total Sulfidic Acidity

Total Sulfidic Acidity (TSA) yaitu suatu kemasaman sulfidik yang tertinggal pada ekstraksi potensi kemasaman dalam tanah dengan menggunakan H₂O₂ yang dikurangkan dengan kemasaman aktual.

S_{KCl}

S_{KCl} yaitu sulfur yang dianalisis dari hasil ekstrak sampel tanah dengan KCl 1M 1:10 dengan menggunakan metode Spektrofotometer.

Cara kerja (Sudjadi *et al.*, 1971): Pipet larutan jernih hasil ekstrak 5 mL, diencerkan dengan akuades sampai 50 mL (tergantung dari konsentrasi sulfur dalam tanah). Pipet 5 mL ke dalam tabung reaksi lalu tambahkan pereaksi larutan *conditioning reagent* 1 mL dan BaCl₂ juga 1 mL. Kocok larutan dengan menggunakan pengocok listrik dan baca pada spektrofotometer (Palintest Photometer 7000) dengan panjang gelombang 520 nm. Dibuat deret standar 0; 5; 10; 15; 20; 25; 30 mg/L dari K₂SO₄.

S_p

S_p adalah sulfur yang dianalisis dari hasil ekstrak sampel tanah dengan KCl 1 M dan H₂O₂ dengan metode sama dengan S_{KCl} (Ahern *et al.*, 1998).

S_{POS}

S_{POS} merupakan jumlah kemasaman dari sulfur pada tanah sulfat masam yang dapat dihitung melalui rumus di bawah ini:

$$S_{POS} = S_p - S_{KCl} \text{ (Ahern et al., 1998)}$$

Pyrit

Pyrit dapat diperoleh dengan berdasar pada konsentrasi TSA (Konsten & Sarwani, 1990):

$$TSA = 22,5 \times \% \text{ pyrit}$$

di mana TSA dinyatakan dalam mmol H^+ /100g

$$\% \text{ Pyrit} = \% \text{ FeS}_2$$

Data yang didapatkan dalam analisis adalah TSA yang dinyatakan dalam mol H^+ /ton.

$$\begin{aligned} \text{Jadi mmol } H^+/100 \text{ g} &= \text{mmol } H^+/0,0001 \text{ ton} \\ &= 0,001 \text{ mol } H^+/0,0001 \text{ ton} \\ &= \text{mol } H^+/0,1 \text{ ton} \end{aligned}$$

$$\% \text{ Pyrit} = (TSA/22,5) \times 0,1$$

di mana TSA dinyatakan dalam mol H^+ /ton

Dalam penjelasan prosedur analisis di atas terlihat bahwa pada dasarnya analisis laboratorium yang dilakukan akan menentukan peubah tingkat kemasaman potensi dan kemasaman aktual pada tanah tambak tanah sulfat masam. Penjelasan secara skematik untuk analisis laboratorium yang membedakan penentuan potensi kemasaman dan kemasaman aktual disajikan pada Lampiran 1.

KESIMPULAN

Metode analisis tanah tambak tanah sulfat masam dipengaruhi oleh kemurnian bahan kimia, keakuratan alat ukur, kebersihan peralatan, keterampilan analisis, ketepatan metode analisis, dan ketepatan penghitungannya. Penanganan sampel tanah sulfat masam harus dilakukan sedemikian rupa untuk menghindari kemungkinan terjadinya oksidasi senyawa sulfida yang dapat menyebabkan ketidakakuratan data.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahern, C.R., A. McElnea, and D.E. Baker. 1998. Peroxide oxidation combined acidity and sulfate: Pocas-Method 21. In: Y. Stone, C.R. Ahern, and B. Blunden (Eds.). *Acid Sulfate Soils Manual*. Acid Sulfate Soil Management Advisory Committee, Wollongbar, NSW, Australia. p. 4-1 -- 4-17.
- Ahern, C.R. and B. Blunden. 1998. Design a soil sampling and analysis program. In: Y. Stone, C.R. Ahern, and B. Blunden (Eds.). *Acid Sulfate Soils Manual*. Acid Sulfate Soil Management Advisory Committee, Wollongbar, NSW, Australia. p. 2-1 -- 2-5.
- Ahern, C.R. and B. Blunden. 1998. Introduction. In: Y. Stone, C.R. Ahern, and B. Blunden (Eds.). *Acid Sulfate Soils Manual*. Acid Sulfate Soil Management Advisory Committee, Wollongbar, NSW, Australia. p. 1-1 -- 1-4.
- Ahern, C.R. and G.E. Rayment. 1998. Codes for Acid Sulfate Soil Analytical Methods. In: Y. Stone, C.R. Ahern, and B. Blunden (Eds.). *Acid Sulfate Soils Manual*. Acid Sulfate Soil Management Advisory Committee, Wollongbar, NSW, Australia. p. 3-1 -- 3-5.
- Anonim. 1998. *Penuntun Analisis Kimia Tanah dan Tanaman*. Pusat Penelitian Tanah dan Agroklimat, Bogor. 30 pp.
- Jaya, I B.M.S., Utaminingsih, dan Hermiyaningsih. 1994. *Pedoman Analisis Kualitas Air dan Tanah Sedimen Perairan Payau*. Balai Budidaya Air Payau, Jepara. 44 pp.
- Konsten, C.J.M. and M. Sarwani. 1990. Actual and potential acidity and related chemical characteristics of acid sulphate soils in Pulau Petak, Kalimantan. In: *Papers Workshop on Acid Sulphate Soils in the Humid Tropics*. AARD & LAWOO, Bogor. p. 30--47.
- McElnea, A. and D. Baker. 1998. Solubility of gypsum in 1 M KCl solutions at various pH values – Implications for acid sulfate soil analysis. *National Soils Conference 1998 Australian Society of Soil Science Incorporated*, Australia. p. 540--543.
- Melville, M.D. 1993. *Soil Laboratory Manual*. School of Geography, University of New South Wales, Sydney. 74 pp.
- Menon, R.G. 1973. *Soil and Water Analysis: A Laboratory Manual for the Analysis of Soil and Water*. Proyek Survey O.K.T. Sumatra Selatan, Palembang. 191 pp.
- Rayment, G.E. and F.R. Higginson. 1992. *Australian Laboratory Handbook of Soil and Water Chemical Methods*. Inkata Press, Melbourne. 321 pp.

Sammut, J. and C.V. Mohan. 1996. Processes and Impacts of Estuarine Aciditification in Richmond River, Northen NSW and Karnataka, India. *In: Acid Sulfate Soils Causes Issues for Eastern Australia and Asia : A One Day Symposium on*

Acid Sulfate Soils. Sydney University, 29 July 1996.

Sudjadi, M., I M. Widjik, dan M. Soleh. 1971. *Penuntun Analisa Tanah.* Lembaga Penelitian Tanah, Bogor. 166 pp.

Lampiran 1. Prosedur analisis laboratorium yang menjelaskan perbedaan alur analisis potensi kemasaman dan kemasaman aktual tanah sulfat masam

