

PUSTAKA
SUTRA
2009

Penerbit
Pustaka Sutra
Jl. Cihampelas 212 B
Bandung 40131

Ph. (022) 2035473
Fax. (022) 2038830

info@pustakasutra.com
www.pustakasutra.com



PANDUAN PROSEDUR ANALISIS MUATAN
PERMANEN DAN VARIABEL TANAH

(Terminologi dan prosedur)

PUSTAKA
SUTRA

**PANDUAN PROSEDUR ANALISIS MUATAN
PERMANEN DAN VARIABEL TANAH
(Terminologi dan prosedur)**

Dari :
Handbook of Soil Analysis
Marc Pansu and Jacques Gautheyrou

Diterjemahkan oleh :
DANI LUKMAN HAKIM
RINA DEVNITA

Panduan Prosedur Analisis Muatan Permanen dan Variabel Tanah : Terminologi dan Prosedur

Penerjemah : Dani Lukman Hakim
Rina Devnita

Penata Sampul : Dani Lukman Hakim

Diterjemaahkan dari:

Handbook of Soil Analysis

Penulis : Marc Pansu and Jacques Gautheyrou, 2006

Penerbit : Springer – USA

Hak Cipta dilindungi Undang-Undang
Cetakan I, November 2009

Penerbit Pustaka Sutra

Jln. Cihampelas 212 B Bandung 40131

Tel. 62 22 2035473; Fax. 62 22 2038830

E-mail: info@pustakasutra.com

<http://www.pustakasutra.com>

ISBN : 978-602-8527-08-8

KATA PENGANTAR

Puji syukur senantiasa terlimpah pada Allah SWT, karena-Nya sebuah karya kecil terlahir demi mengisi waktu disela-sela deretan tugas dan tanggung jawab Penulis sebagai mahluk sosial. Mencoba dan belajar adalah niat yang tulus untuk memberi walaupun mungkin hanya setitik manfaat yang diraih pembaca melalui buku ini.

Buku “Panduan Prosedur Analisis Muatan Permanen dan Variabel Tanah” merupakan terjemahan dari Buku Teks berjudul “*Handbook of Soil Analysis*” yang ditulis oleh Marc Pansu dan Jacques Gautheyrou Chapter 21. Buku ini dibuat bukan untuk tujuan komersial.

Saran dan masukan atas karya kecil ini sangat diharapkan mengingat dan menyadari bahwa buku ini disusun dalam proses pembelajaran bagi penulis.

Bandung, November 2009

PENULIS

DAFTAR ISI

Kata Pengantar	i
Daftar Isi	ii
Daftar Tabel dan Gambar	iii
BAB 1 Terminologi Muatan Permanen dan Variabel	1
BAB 2 Metode Utama	13
A. Pengukuran Muatan Variabel	13
B. Pengukuran Muatan Permanen	15
C. Prosedur-Prosedur Lain dan Contoh Kasus	19
Referensi	24
Bibliografi	25

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Percobaan untuk Mengukur Muatan Variabel	14
Tabel 2. Contoh Pengukuran pHo	21
Tabel 3. Contoh Pengukuran Muatan Positif – Negatif	22

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Gugus Aluminol dan Silinol pada Kaolinit	6
Gambar 2. Muatan Permukaan Bahan Hidroksil	9
Gambar 3. Pengukuran Muatan Variabel σ_v	15



BAB 1 - TERMINOLOGI MUATAN PERMANEN DAN VARIABEL TANAH

Terminologi ini diperkenalkan oleh Coleman, dkk. (1959) untuk menggambarkan muatan yang berhubungan dengan tiga kelompok utama komponen tanah, yaitu : mineral liat, oksihidroksida, dan bahan organik. Kemudian dalam waktu singkat penelitian-penelitian lanjutan mampu membuktikan definisi asal dari muatan tersebut. Sebagai contoh, liat mampu menunjukkan dua tipe muatan secara bersamaan. Pada tipe-tipe tanah tertentu di daerah tropis seperti Andisols, muatan variabel lebih dominan, sedangkan pada tanah-tanah beriklim sedang muatan permanen lebih dominan.

Tanah dengan muatan variabel merupakan tanah dengan sifat morfologi, mineralogi, kimia, fisika, biologi dan genesis dengan rentang yang lebar. Akan tetapi mereka mempunyai kesamaan dalam hal tanda serta besar muatan yang sangat tergantung pada pH dan kekuatan ionik larutan tanah. Hal inilah yang menyebabkan perbedaan antara Ultisol dan Alfisol dengan “liat beraktivitas rendah”, Andsiol yang berkembang dari abu gunungapi, Oksisol dengan pelapukan

dan pencucian lanjut, dapat disamakan sebagai kelompok tanah bermuatan variabel.

Keberadaan muatan variabel tersebut secara alamiah berasal dari mineral yang mempunyai permukaan amfoter pada fraksi liatnya. Mineral tanah bermuatan variabel antara lain kaolinit, oksida Fe dan Al, gipsit, hidroksi interlayer vermikulit, muskovit, smektit, alofan, imogolit, ferihidrit dan opalin silika. Mineral pada fraksi pasir antara lain kuarsa, feldspar, ortoklas, plagioklas, mika, piroksin, amfibol, dan gelas volkan. Mineral tersebut merupakan mineral utama pada Oksisol, Ultisol, Alfisol, Spodosol dan Andisol. Fraksi liat tanah lapisan bawah juga didominasi oleh mineral kaolinit, gipsit, goethit, hematit, alofan, imogolit dan ferihidrit (Uehara dan Gillman, 1981). Meskipun demikian, kandungan dan proporsi mineral, tekstur dan permukaan spesifik tanah-tanah tersebut berbeda-beda, sehingga terdapat variasi perbedaan sifat tanah yang cukup signifikan (Dahlgren *et al.*, 1993).

Di antara mineral silikat tipe 2:1 seperti mika, vermikulit dan smektit pada tanah terlapuk sangat lanjut yang memiliki horison argilik, mika dioktahedral (muskovit) merupakan mineral yang paling banyak ditemukan. Mineral liat campuran dan smektit juga lazim pada tanah ini. Akan tetapi vermikulit

relatif jarang ditemukan dan biasanya hanya terdapat pada tanah yang belum terlalu melapuk di daerah tropis basah (Juo, 1980).

Selain mempunyai permukaan yang amfoter, mineral liat yang bermuatan variabel juga mempunyai kapasitas yang rendah dalam menjerap dan menahan kation. Hal ini menyebabkan tanah dengan mineral bermuatan variabel disebut mempunyai liat beraktivitas rendah dan sering diasosiasikan dengan tanah yang tidak subur.

Muatan variabel juga dapat berasal dari bahan organik dengan gugus reaktif karboksil, fenolik atau amino. Muatan variabel dihasilkan dari adsorpsi atau desorpsi ion yang terdapat pada fase padat seperti H^+ dan ion-ion yang bukan fase padat.

Karakter kimia tanah bermuatan variabel yang khas antara lain:

1. Titik muatan nol yang mendekati nilai pH
2. Kapasitas tukar anion (KTA) yang tinggi
3. Membutuhkan kapur dan gipsium yang besar untuk menetralkan pH
4. Afinitas jerapan kation seperti Ca dan Mg yang besar yang dapat membentuk kompleks dengan permukaan lingkaran luar ataupun dalam.

Tanah bermuatan variabel mempunyai salah satu karakteristik mineral berikut (Qafoku *et al.*, 2000):

1. Sejumlah besar kaolinit dan oksida Fe dan Al yang kurang reaktif terutama hematit dan gipsit (contoh khas Oksisol di Australia).
2. Sejumlah besar kaolinit dan oksida Fe dan Al yang sangat reaktif terutama hematit dan gipsit (contoh khas Ultisol di Amerika Serikat bagian selatan dan Afrika Selatan)
3. Sejumlah besar mineral amorf yang sangat aktif seperti alofan, imogolit dan ferihidrit (contoh khas Andisol)
4. Hampir seluruhnya didominasi oleh kaolinit dan sedikit oksida Fe (contoh khas Ultisol Amerika Serikat bagian selatan, Brazil dan Oksisol di Hawaii).
5. Hampir seluruhnya didominasi oleh oksida Fe dan Al yang tidak terlalu reaktif, dan adakalanya oksida Ni (contoh khas Oksisol di Kaledonia Baru dan Jamaika)

Liat yang terkristalisasi dengan baik secara teoritis bermuatan nol atau negatif, hal ini terjadi pada struktur kisi mineralnya dan muatan variabel terjadi pada tepian gugus kisi-kisi tersebut. Muatan negatif bergantung pada dua hal yaitu (1) sifat mineral liat, dan (2) tingkat pertukaran kation pada lapisan tetrahedral dan oktahedral liat tersebut. Sebagai

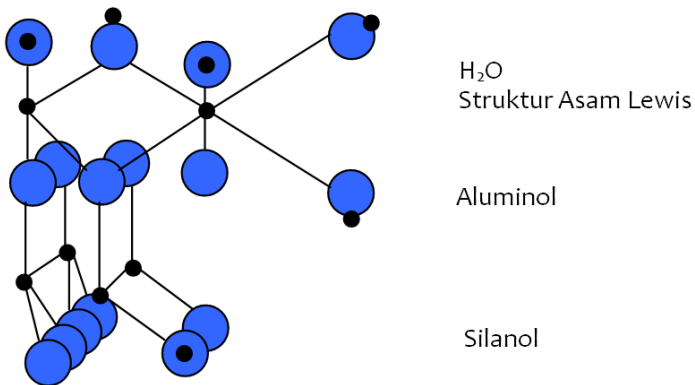
contoh, Al^{3+} dapat menggantikan Si^{4+} pada lapisan tetrahedral (terjadi pada Beidellite, Nontronite, Saponite), atau Mg^{2+} dapat menggantikan Al^{3+} pada lapisan oktahedral (terjadi Montmorillonit, illit). Substitusi isomorfik ini menurunkan muatan positif tanah sehingga meningkatkan muatan negatif yang akan dikompensasikan bagi kation-kation terluar. Muatan ini secara langsung berhubungan dengan muatan permanen dan tidak bergantung pada pH serta ikatan ion.

Pada Mineral liat kaolinit tipe 1 : 1 yang memiliki lapisan tetrahedral dan sedikit lapisan oktahedral tidak sempurna, secara listrik strukturnya bermuatan netral. Substitusi isomorfik Al^{3+} oleh Fe^{3+} pada lapisan oktahedral sangat jarang terjadi. Sehingga kaolinit menunjukkan muatan permanen yang lemah, hal ini berarti jika tidak ada struktur yang rusak, pada kondisi ini pengukuran kapasitas tukar kation (KTK) tidak akan terganggu oleh variasi nilai pH.

Terputusnya kisi-kisi atom menyebabkan diskontinuitas yang tidak dikompensasikan pada gugus hidroksil dan kemungkinan untuk ionisasi (Gambar 1). Muatan tepi ini bergantung pada pH dan daerah permukaan tertentu.

Ion Al^{3+} dalam katan koordinasi VI dan gugus Si-OH dapat terpisah pada kisaran pH 7.

Pada Haloisit- $4\text{H}_2\text{O}$, yang memiliki lapisan air interfoliasi, nilai KTKnya lebih tinggi dan dapat dimodifikasi oleh kation-kation dengan energi hidrasi yang rendah.



Gambar 1. Gugus Aluminol dan Silinol pada Kaolinit (Sposito 1984)

Pada mineral liat tipe 2:1 beberapa filosilikat seperti pirofilit dan talk dibentuk oleh lapisan oktahedral (Al^{3+} dan Mg^{2+}) yang terletak diantara dua lapisan silika tetrahedral dengan muatan listrik netral. Di lain pihak, smektit yang berasal dari tipe ini setelah substitusi ion Mg^{2+} dengan ion Al^{3+}

pada lapisan oktahedral, menunjukkan penurunan muatan positif (atau kenaikan muatan negatif) yang dikompensasikan bagi kation² bagian luar. Atom oksigen yang terdapat di permukaan mineral lita tipe 2:1 disebut *siloxane* yang ditandai dengan pemutusan heksagonal simetri. Sudut ruangnya sekitar 2,6 Å dibatasi oleh enam orbital cincin heksagonal dan reaktivitasnya berhubungan dengan muatan yang beredar pada struktur lapisan. Apabila tidak terjadi substitusi isomorfik, maka tidak terjadi penurunan muatan positif, sudut *siloxane* merupakan donor elektron yang dapat membentuk kompleks yang tidak stabil, sedangkan jika terjadi substitusi isomorfik Al^{3+} oleh Mg^{2+} atau Fe^{2+} pada lapisan oktahedral, kelebihan muatan terjadi pada permukaan atom oksigen dan kompleks menjadi stabil.

Vermikulit yang berasal dari Talc Mg Trioktahedral dipindahkan oleh Al^{3+} pada lapisan silika tetrahedral, mengakibatkan muatan struktur negatif yang dikompensasikan untuk kation-kation terluar.

Semua ini muncul dalam unit struktur dan tidak ada keseimbangan muatan yang dapat dinyatakan sebagai hukum alam. Konsentrasi elektrolit dan valensi ion *counter* serta potensial lapisan ganda tidak merubah muatan permukaan.

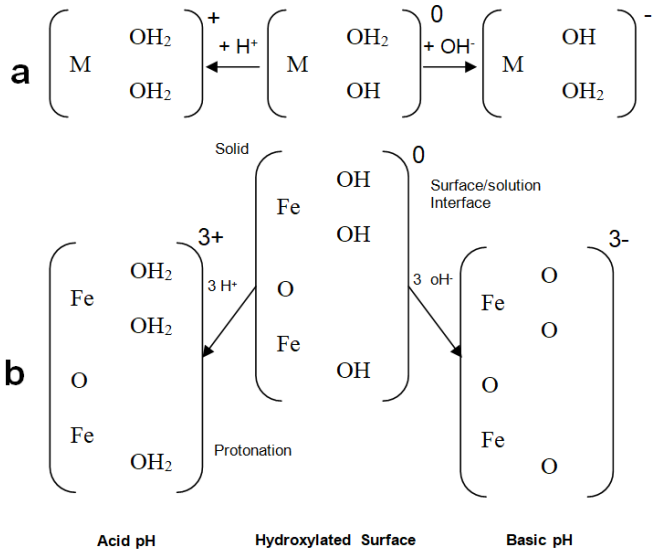
Pada kenyataannya, muatan tetap ini berhubungan dengan pengukuran kapasitas tukar ion pada pH tanah di tanah-tanah beriklim sedang, dimana muatan variabel sedikit terjadi.

Muatan permanen q_p dan muatan variabel q_v menjadikan sifat muatan permukaan menjadi gambaran tingkat pelapukan tanah dan keberadaan bahan organik dan oksida.

$\sigma_p + \sigma_v =$ sifat muatan permukaan tanah

Oksida, hidroksida, dan oksihidroksida yang bebas atau menutupi kisi-kisi kristal, seperti aluminosilikat dengan struktur yang pendek, memiliki permukaan hidroksil yang dapat mengabsorpsi proton H^+ atau hidroksida OH^- . Media asam mengakibatkan kelebihan ion H^+ dan media basa mengakibatkan kelebihan ion OH^- (Gambar 2). Ion-ion ini juga menunjukkan Potensi Determinasi Ion.

Untuk pH alamiah, potensial permukaannya tetap, tapi muatan permukaannya bergantung kepada banyak faktor seperti (1) pH larutan, (2) sifat elektrolit, (3) kerapatan medium, dan (4) suhu dan kondisi pada saat pengukuran dibandingkan dengan kondisi alamiahnya. Titik muatan nolnya adalah pada pH dimana kerapatan muatan positifnya sama dengan kerapatan muatan negatifnya.



Gambar 2. Muatan Permukaan Bahan Hidroksil
 (a) Diagram Parks dan de Bruyn (1962); (b) hematit, oksida besi
 (Uehara dan Gillman 1981)

Muatan variabel pada umumnya banyak terjadi pada nilai pH sama dengan atau kurang dari 7, tetapi nilai pH ini bersifat empiris. Muatan variabel adalah sebuah fenomena, oleh karena itu lebih erat kaitannya dengan permukaan koloid daripada konsentrasinya. Selama proses pelapukan, muatan variabel dapat berkembang pada proses penghancuran yang tidak sempurna pada kristal atau

sebaliknya pada saat masa transisi dari bentuk amorfus ke bentuk kristalin. Pada aluminosilikat dalam mineral alofan, nilai kapasitas tukar kation yang sangat tinggi dapat terjadi pada media dasar. Muatan permanen berhubungan dengan Al (IV), sedangkan muatan variabel berasal dari Al heksakoordinat (Fieldes 1962; Fripia 1964).

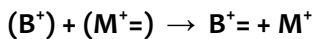
Muatan positif menurun dengan meningkatnya nilai pH dan dapat diukur menggunakan analisis DCB (*Dithionite-Citrate-Bicarbonate Method*) dan mungkin bisa dibedakan menggunakan rasio Fe:Ti dan Fe:Mn, apabila muatan positif berasal dari substitusi isomorfik Ti^{4+} atau Mn^{4+} dalam struktur ferri-oksida.

Pada bahan organik, dengan adanya gugus fungsi ion dapat memberikan muatan negatif pada gugus ini. Gugus fenol karboksil dan hidroksil yang lebih aktif, dapat memberikan muatan variable negatif dan kapasitas tukar kation dapat mencapai 4 mol kg^{-1} . Oleh karena itu bahan organik berperan penting di horizon permukaan dan terlibat dalam efek penyangga tanah (pengaturan pH dan konsentrasi kation dapat tukar di larutan tanah).



Struktur organik non-ionik dapat juga bereaksi melalui ikatan Van der Waals yang memiliki ikatan yang lemah, sebagai contoh ikatan antar molekul dengan jarak yang pendek (sekitar 1 Å).

Bagaimanapun, molekul polimer nonpolar humus tidak dapat mengikat molekul air. Hal inilah yang menjelaskan fenomena hidrofobisitas pada bahan organik. Sehingga pada jenis tanah tertentu, sangat penting menggunakan sampel yang dapat menjaga kondisi kelembaban alamiahnya. Bahan organik yang terhumifikasi berikatan dengan mineral tanah dan membentuk agregat.



(B⁺) = unit molekul organik dalam larutan air

(M⁺⁼) = kation monovalen dapat ditukar berikatan dengan koloid tanah

(B⁺⁼) = unit molekul organik berikatan dengan liat

(M⁺) = kation monovalen dalam larutan air

Unit molekul organik yang terlibat dalam pertukaran kation dan proton terbentuk dari gugus fungsi seperti karboksilat, karbonil serta gugus amino, aromatik, atau N-

heterosiklik. Pertukaran anion juga mungkin terjadi dengan gugus karboksilat seperti formasi ikatan kuat jenis-jenis ligan.

BAB 2 - METODE UTAMA

A. Pengukuran Muatan Variabel

Prinsip

Nilai pH o yaitu terjadi ketika titik persimpangan kurva titrasi dalam suatu elektrolit dengan berbagai variasi konsentrasi, kapasitas tukar kation sama dengan muatan variabel diukur dalam suatu grafik kemungkinan dapat meningkatkan kerapatan muatan negatif antara pH tanah dan pH_o (Uehara dan Gillman,1981) yang digambarkan pada Gambar 3.

Reagen

HCl	0,1 mol L ⁻¹
NaOH	0,1 mol L ⁻¹
KCl (mw =74,56)	2 mol L ⁻¹

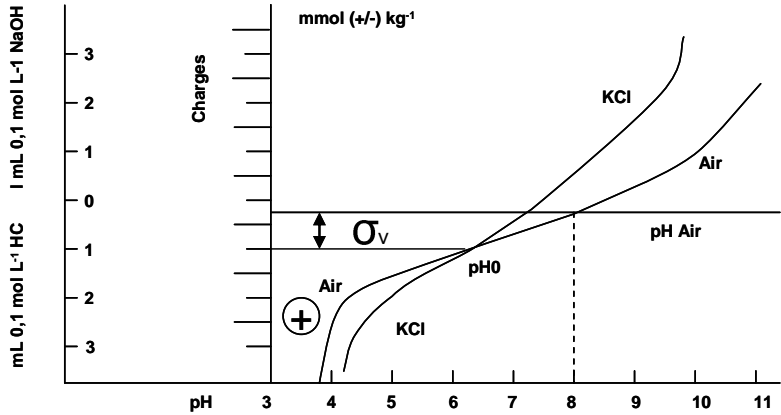
Prosedur

1. Tambahkan 4 g tanah (tanah kering oven pada suhu 105 °C) yang disaring dengan diameter 0,5 mm ke dalam 50 mL tabung sentrifugal.
2. Tambahkan 10 mL air destilasi dan homogenkan.

3. Tambahkan larutan HCl 0,1 mol L⁻¹ dengan jumlah yang terus bertambah pada tabung 1-5 (Tabel 1), dan tambahkan larutan NaOH 0,1 mol L⁻¹ dengan jumlah yang sama ke dalam tabung 7-11.
4. Tabung 6 adalah kontrol.
5. Tambahkan sampai mencapai 20 mL dengan air.
6. Tutup tabung dan biarkan selama 4 hari dan kocoknya secara periodik.
7. Ukur pH pada setiap tabung: pH₁ (air).
8. Tambahkan 1 mL KCl 2 mol L⁻¹ pada setiap tabung.
9. Kocok selama 3 jam dan ukur pH pada setiap tabung: pH₂ (KCl).

Tabel 1. Prosedur Percobaan untuk Mengukur Muatan Variabel Tanah

Blanko		Nomor Tabung										
B1	B2	1	2	3	4	5	6*	7	8	9	10	11
mL Air		10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
		0,1 mol L ⁻¹ HCL						0,1 mol L ⁻¹ NaOH				
mL HCL/NaOH		0,5	1,0	2,0	3,0	4,0		0,5	1,0	2,0	3,0	4,0
mL Air		9,5	9,0	8,0	7,0	6,0	10	9,5	9,0	8,0	7,0	6,0
		Volume Akhir 20 mL										



Gambar 3. Pengukuran Muatan Variabel σ_v

B. Pengukuran Muatan Permanen

Prinsip

Pengukuran muatan permanen σ_p pada tanah yang memiliki muatan permanen dan variabel sangat bergantung pada adsorpsi ion pada pH_0 .

Pada titik ini, adsorpsi kation dan anion pada permukaan sama dengan muatan variabel, nilai muatannya adalah nol (Uehara dan Gillman, 1981). Kelebihan adsorpsi kation atau anion pada pH_0 merupakan suatu ukuran masing-masing bagi muatan permanen negatif dan muatan permanen positif

Reagen

1 mol L⁻¹ Larutan KCl (KCl, mw = 74,56)

0,2 mol L⁻¹ Larutan KCl

0,01 mol L⁻¹ Larutan KCl

0,002 mol L⁻¹ Larutan KCl

0,1 mol L⁻¹ Larutan HCl

0,1 mol L⁻¹ Larutan KOH

0,1 mol L⁻¹ Larutan NaOH

0,5 mol L⁻¹ Larutan NH₄NO₃

Prosedur

Persiapan Perlakuan Tanah

Perlakuan ini dapat mengurangi adsorpsi ion-ion tertentu, seperti SO₄²⁻.

1. Timbang 100g tanah kering udara (ekivalen tanah kering pada 105 °C) yang disaring dengan saringan 0,5 mm.
2. Masukkan ke dalam 500 mL larutan 1 mol L⁻¹ KCl dan sesuaikan pH sampai nilai 7,5 dengan larutan 0,1 mol L⁻¹ KOH. Biarkan selama 1 jam kemudian buang sisa larutannya.
3. Masukkan lagi ke dalam 500 mL larutan 1 mol L⁻¹ KCl dan ulangi perlakuan dua kali.

4. Cuci dengan aquades sampai konduktivitas fase cairnya sama dengan larutan standar $0,002 \text{ mol L}^{-1}$ KCl.
5. Kering udarakan dan saring dengan saringan $0,5 \text{ mm}$.

Pengukuran σ_p

1. Timbang 4 g fraksi tanah dengan perlakuan tadi (ekivalen tanah kering pada $105 \text{ }^\circ\text{C}$) dan simpan ke dalam *beaker glass* 50 mL .
2. Ukur pH_0 dengan cara yang sama dengan pengukuran muatan variabel, kejenuha K^+ dan pengurangan adsorpsi ion tertentu dapat mempengaruhi nilai pH_0 .
3. Setelah mendapatkan residu tanah. Gunakan tabung dengan pH mendekati pH_0 untuk mengukur muatan permanen.
4. Cuci residu tersebut dengan 20 mL larutan $0,2 \text{ mol L}^{-1}$ KCl dan pindahkan ke dalam tabung sentrifugal 50 mL .
5. Kocok selama 1 jam , sentrifugasi, dan buang sisa larutannya.
6. Tambahkan 20 mL larutan $0,001 \text{ mol L}^{-1}$ KCl dan gunakan HCl atau NaOH $0,1 \text{ mol L}^{-1}$, atur pH sampai mencapai nilai pH_0 .
7. Biarkan selama 1 jam .

8. Sentrifugasi dan ambil sisa larutannya, titrasi K^+ dan Cl^- , dimana K^+ dan Cl^- mmol mL^{-1} .
9. Timbang tabung yang berisi butir sentrifugal untuk mengukur volume larutan 0,01 mol KCl L^{-1} dengan menggunakan V_{mL} .
10. Pindahkan ion K^+ dan Cl^- yang teradsorpsi pada butir sentrifugal dengan mencucinya selama 5 kali dengan 20 mL larutan 0,5 mol L^{-1} NH_4NO_3 .
11. Campurkan kelima filtrat tersebut titrasi K^+ dan Cl^- yang tercuci (K^+ dan Cl^- mmol mL^{-1}).

Perhitungan :

$$K^+ \text{ teradsorpsi (mmol(+))kg}^{-1} = 25 (100 K^+_2 - K^+_1 V)$$

$$Cl^- \text{ teradsorpsi (mmol(-))kg}^{-1} = 25 (100 Cl^-_2 - Cl^-_1 V)$$

$$\text{Muatan Permanen} = K^+ \text{ teradsorpsi} - Cl^- \text{ teradsorpsi}$$

Keterangan :

1. K^+ dan Cl^- biasanya dititrasi masing-masing dengan *Flame Emission Spectrometry* dan *Adsorption Colorimetry* (Pansu, dkk., 2001).

2. Jumlah muatan permanen dan variabel hampir sama dengan pengukuran Kapasitas Tukar Kation (KTK) diukur dengan larutan penyangga Ammonium Acetate pada pH 7.

C. Prosedur-Prosedur Lain dan Contoh Kasus

Prosedur Pengukuran pH₀

1. Masukkan tanah ke dalam 6 buah tabung sentrifus masing-masing sebanyak 2 g.
2. Masukkan pengocok magnetik berukuran kecil ke dalam setiap tabung dan timbang berat tabung yang telah diisi tanah dan pengocok magnetic berukuran kecil.
3. Tambahkan 20 mL CaCl_2 . (Jika diperkirakan terdapat sejumlah sulfat dalam jumlah yang cukup signifikan, tambahkan 5 ml $\text{Ca}(\text{OH})_2$, dan langkah ke 8 dapat diabaikan)
4. Kocok dengan *shaker end and end* selama 2 jam
5. Sentrifus dan buang larutan supernatannya
6. Tambahkan 20 ml CaCl_2 0.002 M, sentrifus, dan buang supernatannya.
7. Lakukan 3 kali, akan tetapi supernatant yang ketiga tidak dibuang dan digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

8. Ukur pH larutan supernatan dari setiap tabung sentrifus
9. Atur pH enam tabung sentrifus tersebut pada rentang pH yang diinginkan (misalnya 3.5; 3.; 4.5; 5.4; 6.0; dan 6.5), dengan menambahkan HCl 0.01 N untuk menurunkan pH atau NaOH 0.01 N untuk menaikkan pH Catatan : nilai p_{Ho} tidak pernah lebih kecil dari 3 dan sangat jarang lebih tinggi dari 7)
10. Lakukan pengaturan pH ini selama selang beberapa hari sampai diperoleh pH sekitar nilai rentang pH yang sudah diatur
11. Ukur pH saat telah stabil itu. Nilai ini disebut pH 0.002
12. Tambahkan 0.5 mL CaCl₂ 2 M dan kocok selama 2 jam
13. Ukur kembali pHnya. Nilai ini disebut pH 0.05
14. Hitung Δ pH yaitu pH 0.05 – pH 0.002
15. Plotkan nilai Δ pH terhadap pH 0.002 untuk menemukan p_{Ho}, yaitu saat Δ pH = nol
16. Jika rentang pH yang dipilih tidak cocok, ulangi kembali mulai dari langkah ke 6 dengan rentang pH yang lebih cocok

Tabel 2. Contoh Pengukuran pHo

No Tabung	Sampel	pH _{0.002}	pH _{0.05}	Δ pH	pHo
1	08/535 – 3.0	3.26	3.43	+ 0.15	4.23
2	08/535 – 3.4	3.89	3,98	+0.09	
3	08/535 – 3.8	4.29	4.27	-0.02	
4	08/535 – 4.2	4.63	4.52	-0.11	
5	08/535 – 4.6	5.18	4.98	0.02	
6	08/535 – 5.0	5.48	5.07	0.41	

Prosedur Pengukuran Muatan Negatif dan Positif

1. Pengukuran dilanjutkan dari pengukuran pHo
2. Cuci dan sentrifus tanah dengan 0.002 M CaCl₂ sebanyak tiga kali, supernatant terakhir tidak dibuang dan digunakan untuk pengukuran selanjutnya
3. Atur kembali pHnya sesuai dengan rentang pH yang diinginkan dengan menggunakan 0.1 M HCl atau Ca(OH)₂ , biasanya antara 4 hingga 7
4. Lakukan pengukuran dengan selang beberapa hari sampai tercapai kesetimbangan
5. Setelah tercapai kesetimbangan, ukur pHnya
6. Sentrifus dan jangan buang supernatannya untuk pengukuran Ca, Al, dan Cl
7. Timbang tabung untuk memperkirakan volume yang terdapat pada larutan

8. Tambahkan tepat 20 ml 1 M NH_4NO_3 . Kocok beberapa kali
9. Sentrifuse dan jangan buang supernatannya
10. Tentukan Ca, Al, dan Cl di dalam supernatant juga dalam larutan yang terperangkap dalam supernatant (H)
11. Plot Ca dan Cl yang terjerap terhadap pH kesetimbangan
12. Plotkan juga (Ca+Al) yang terjerap terhadap nilai pH pada gambar yang sama

Catatan:

Untuk menghitung Ca yang terjerap (KTK_{basa}) lakukan pengukuran berikut :

- Berat tabung + tanah = y
- Berat tanah + tabung + kation yang terjerap = y
- Berat kation yang terjerap $= V_1 = y - x$ (dengan asumsi berat jenis = 1)
- Karena 20 mL NH_4NO_3 telah ditambahkan, maka volume akhir (V_2) = 20 + (y-x)
- Jika konsentrasi Ca dalam larutan akhir (NH_4NO_3) = C_1 me/mL
- Dan konsentrasi Ca dalam 0.002 M CaCl_2 yang terjerap = C_2 me/mL
- Maka Ca terjerap = $\text{CEC}_B = 50 (C_1V_2 - C_2V_1)$ me/100 g

Tabel 3. Contoh pengukuran Muatan Negatif dan Positif

No sample	pH	Tabung + tanah	Tabung + tanah + jerapan	Volume jerapan	Volume akhir	Ca terjerap dalam larutan meq/L	Ca dalam NH_4NO_3 meq/L	Al terjerap dalam larutan meq/L
08/671	3.16	20.41	21.85	1.44	21.44	5.63	3.74	0.00
	4.24	20.44	21.61	1.17	21.17	4.90	7.52	0.00
	4.68	20.68	21.87	1.19	21.19	4.85	7.97	0.00
	5.69	20.76	22.32	1.56	21.56	5.63	9.29	0.00
	6.44	20.60	22.11	1.51	21.51	5.58	9.51	0.00
	7.17	20.58	22.16	1.58	21.58	6.44	11.12	0.00

Lanjutan

Al dalam NH_4NO_3 meq/L	Cl terjerap dalam larutan meq/L	Cl dalam NH_4NO_3 meq/L	Ca terjerap cmol (+).kg KTK basa	Al terjerap cmol (+).kg KTK basa	Ca + Al terjerap cmol (+).kg KTK total	Cl terjerap cmol (+).kg KTA	pH tanah	pHo
1.74	8.52	0.87	3.61	1.86	5.47	0.32	8.19	3.32
0/00	6.12	0.54	7.68	0.00	7.68	0.21		
0.00	5.67	0.45	8.16	0.00	8.16	0.14		
0.00	6.29	0.59	9.57	0.00	9.57	0.15		
0.00	6.29	0.48	9.81	0.00	9.81	0.04		
0.00	6.15	0.54	11.49	0.00	11.49	0.09		

REFERENSI

- Coleman NT, Weed SB and McCracken RJ (1959) Cation Exchange Capacity and Exchangeable Cations in Piedmont Soils of North Carolina, *Soil Sci. Soc. Am. Proc.*, 23, 146-149.
- Fripiat JJ (1964) Surface Properties of Alumino-Silicate. *Clays Clay Miner.*, 12, 327.
- Pansu M, Gautheyrou J and Loyer JY (2001) *Soil Analysis – Sampling, Instrumentation and Quality Control*. Balkema, Lisse, Abington, Exton, Tokyo, 489 pp
- Parks GA and De Bruyn PL (1962) The Zero Point Charge Oxides. *J.Phys. Chem.*, 66, 967 – 973.
- Sposito G (1984) *The Surface Chemistry of Soils.*, Oxford-Clarendon Press, Oxford, 274 p
- Uehara G and Gillman G (1981) *The Mineralogy, Chemistry and Physics of Tropical Soils with Variable Charge Clays*. *Wet Trop. Agric. Ser.*, 4, 170 p.

BIBLIOGRAFI

- Bortoluzzi EC, Tessier D, Rheinheimer DS and Julien JL (2005) The Cation Exchange Capacity of a Sandy Soil in Southern Brazil: Estimation of Permanent and pH-dependent Charges. *Eur. J. Soil Sci.*, doi:10.1111/j.1365-2389.00746.x
- Coleman NT, Weed SB and McCracken RJ (1959) Cation Exchange Capacity and Exchangeable Cations in Piedmont Soils of North Carolina. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.*, 23, 146-149
- Conyers MK, Helyar KR and Poile GJ (2000) pH Buffering: The Chemical Response of Acidic Soils to Added Alkali. *Soil Sci.*, 165, 560-566
- Zelazny LW, Liming He and An Vanwormhoudt (1996) – Charge Analysis of Soils and Anion Exchange. In *Methods of Soil Analysis, part 3, Chemical Methods*, Bigham JM and Bartels JM ed. SSSA-ASA, Madison, WI Etats-Unis, 1231 – 1253
- Julian JL and Turpin A (1999) Reactive Surface and The Reasoning of a Few Chemical Characteristic of Acid Soils. *Comptes-Rendus-de-l'Academie-d'Agriculture-de-France*, 85, 25-35
- Van-Rants E, Utami SR and Shamshuddin J (2002) Andisols on Volcanic Ash from Java Island, Indonesia: Physico-Chemical Properties and Classification. *Soil Sci.*, 167, 68-79