

STUDI PENETAPAN KADAR ASAM HUMAT DENGAN METODE GRAVIMETRI DAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

Gusfiyesi ^{1*}, Arizon ², Ressa Yuliza Efendi ¹

¹ Politeknik ATI Padang, Jl. Bungo Pasag, Tabing, Padang, 25171, Indonesia

² SMA N 1 Lubuk Alung, Sungai Abang, Padang Pariaman, 25582, Indonesia

*email : gusfiyesi@gmail.com

Abstrak

Kandungan asam humat dalam tanah penting untuk ditentukan karena asam humat sangat berperan dalam mempengaruhi kesuburan tanah, jenis kimia tanah dan perairan. Penggunaan asam humat komersil merupakan salah satu cara untuk memperbaiki kondisi tanah yang sudah terdegradasi dan meminimalisir kemungkinan kehilangan nutrisi dari pupuk organik akibat pencucian atau penguapan. Proses ekstraksi humus menghasilkan asam humat komersial yang kandungannya berbeda sesuai daerah sumber humusnya. Kandungan asam humat komersial ditentukan secara gravimetri namun pada penelitian ini dilakukan penetapan kandungan asam humat pada asam humat komersial dengan membandingkan dua metode analisis yaitu gravimetri dan spektrofotometri UV-Vis. Pada penelitian ini dilakukan ekstraksi basah asam humat dengan menggunakan campuran $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 4% dan NaOH 0,1N. Nilai rata-rata kadar asam humat yang ditentukan dengan metode gravimetri adalah 64,9396% dan 29,5193% jika diuji dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Berdasarkan CoA (Certificate of Analysis) nilai baku asam humat adalah 50%, sehingga disimpulkan bahwa untuk penentuan kadar asam humat metode gravimetri lebih baik dibandingkan dengan metode spektrofotometri UV-Vis.

Kata Kunci : Asam Humat, Ekstraksi, Gravimetri, Spektrofotometri

THE STUDY ON DETERMINING HUMIC ACID CONTENT USING GRAVIMETRIC AND UV-VIS SPECTROPHOTOMETRIC METHODS

Abstract

The content of humic acid in the soil is important to determine because humic acid plays a very important role in influencing soil fertility, soil and water chemistry. The use of commercial humic acid is one way to improve the condition of degraded soil and minimize the possibility of losing nutrients from organic fertilizer due to leaching or evaporation. The humus extraction process produces commercial humic acid whose content differs according to the region where the humus is sourced. The content of commercial humic acid is determined gravimetrically, but in this study the humic acid content of commercial humic acid was determined by comparing two analytical methods, namely gravimetry and UV-Vis spectrophotometry. In this research, wet extraction of humic acid was carried out using a mixture of 4% $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ and 0.1N NaOH . The average value of humic acid content determined using the gravimetric method was 64.9396% and 29.5193% when tested using the UV-Vis spectrophotometric method. Based on the CoA (Certificate of Analysis) the

standard value of humic acid is 50%, so it is concluded that for determining humic acid contents by the gravimetric method is better than the UV-Vis spectrophotometric method.

Keywords: *Extraction, Gravimetric, Humic Acid, Spectrophotometry*

PENDAHULUAN

Salah satu polimer organik yang mengandung gugus karboksilat aktif dikenal dengan asam humat. Sebagai zat organik yang memiliki struktur molekul kompleks sehingga asam humat memiliki berat molekul tinggi. Proses humifikasi menghasilkan asam humat alami melalui proses fisika, penguraian kimia, dan biologi dari bahan-bahan yang berasal dari tumbuhan maupun hewan. Proses humifikasi inilah yang membuat struktur asam humat terdiri dari campuran senyawa organik alifatik dan aromatic, dengan gugus aktif berupa asam karboksilat yang dapat menstimulasi dan mengaktifkan proses biologi dan fisiologi pada organisme hidup dalam tanah. Asam Humat dapat diendapkan dengan asam hingga pH 2 dan alkohol, sebaliknya larut dalam larutan alkali (Sari, 2013).

Atom karbon merupakan penyusun utama asam humat. Karbon organik total yang dimiliki asam humat berfluktuasi pada kisaran 56–62 % dan pada sumber lain berkisar 2-8 %. Kadar rata-rata atom hidrogen dan nitrogen berturut-turut 2–5,5 % dan 2–8 %. Selain itu asam humat juga mengandung atom O sulfur dan fosfor. Di dalam asam humat terdapat 0,6–1,1 % sulfur dan 0,2–3,7 % fosfor. Juga ditemukan bahwa asam humat mengandung 5,6 % aluminium, 0,05–0,15 % sodium, lebih dari 0,6 % potasium dan sedikit magnesium dan mangan. Asam humat juga mengandung unit aromatik dengan ikatan peptida, asam alifatik dan

bahan campuran lain yang tipe dan jumlahnya akan tergantung kepada jenis tanah dan tanaman. (Nainggolan, 2010).

Asam humat dapat diendapkan dan memiliki ikatan rangkap konjugasi sehingga bisa ditentukan dengan beberapa metoda. Kadar asam humat dalam tanah maupun air dapat ditentukan dengan beberapa metode. Metode yang sering digunakan dalam setiap penelitian penentuan kadar asam humat adalah metode gravimetri (Triono, 2010). Pada metode gravimetri dilakukan pemurnian asam humat hingga diperoleh berat konstan sebagaimana prinsip dari metode gravimetri.

Adanya ikatan rangkap berkonyugasi dalam struktur molekul asam humat memungkinkan asam humat dapat ditentukan secara kualitatif maupun kuantitatif secara spektrofotometri UV-Vis. Karena banyak gugus kromofor yang akan responsif pada daerah serapan sinar UV-Vis, metoda spektrofotometri ini bisa diterapkan untuk penentuan kadar asam humat, yang tentunya tetap memerlukan preparasi sebagaimana metoda gravimetri. Pada metode spektrofotometri endapan dari asam humat dilarutkan kembali dengan basa kuat dan ditambahkan pereaksi untuk dibaca dengan spektrofotometer sebagai asam humat.

Aplikasi metoda spektrofotometri untuk penentuan kandungan asam humat komersial baru untuk pertama kali dilaksanakan di Laboratorium Petrokimia PT Sucofindo SBU. Pada penelitian ini telah ditentukan kadar asam humat dengan metode gravimetri dan spektrofotometri.

Juga disimpulkan metode mana yang lebih baik untuk penetapan kandungan asam humat berdasarkan % asam humat yang diuji. Penetapan kandungan asam humat dalam pengujian asam humat teknis ini juga dapat dijadikan sebagai standar pengujian asam humat dalam pupuk, tanah dan air.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan Penelitian

Sampel yang dianalisis dalam pengujian ini diambil dari lemari penyimpanan bahan dimana berat sampel yang ditimbang adalah ± 1 gram. Penimbangan dilakukan sebanyak 7 kali untuk masing-masing metoda. Alat yang digunakan yaitu, timbangan analitik terkalibrasi, kertas timbang, sentrifuge tube, beaker glass, pipet gondok, pipet takar, corong, labu ukur, bola hisap (bulb), spatula, gelas ukur, botol semprot, kertas saring whatman No.41, spektrofotometer UV-Vis (Shimizu U-2900), oven (Memmert). Bahan yang digunakan adalah asam humat teknis, $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 4% + NaOH 0,1N, HCl pekat, H_2SO_4 pekat, HCl pH 2, NaOH $\pm 0,1\text{N}$, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 2N, glukosa, dan aquadest.

Penentuan Asam Humat Metode Gravimetri

Sampel sebanyak 1 gram ditimbang ke dalam tabung sentrifuge dan selanjutnya ditambahkan 25 mL $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 4% dan NaOH 0,1N, dan dikocok kurang lebih 30 menit, dibiarkan semalam. Kemudian Sampel yang telah dimalamkan disentrifuge selama kurang lebih 10 menit. Dipipet ekstrak asam humat 5,00 mL ke dalam beaker glass dan diasamkan dengan HCl pekat hingga pH <2 lalu didiamkan semalam. Selanjutnya ditimbang kertas

saring whatman No.41 kemudian digunakan untuk menyaring sampel yang sudah dimalamkan tersebut. Endapan dalam kertas saring dikeringkan pada suhu 105°C selama 2-3 jam. Dinginkan sampel dalam desikator, kemudian ditimbang sampai bobotnya tetap dan selanjutnya ditentukan % kadar asam humat dalam sampel (CoA Laboratorium Petrokimia PT Sucofindo SBU).

Penentuan Asam Humat Metode Spektrofotometri

Asam humat hasil sentrifus yang diekstrak dari sampel dengan cara yang sama dengan metoda gravimetri di atas, dipipet 1,00 mL ke dalam beaker glass dan diasamkan dengan HCl pekat hingga pH <2 lalu dimalamkan. Disaring sampel dengan menggunakan kertas saring Whatman No.41. Endapan kemudian dilarutkan dengan NaOH $\pm 0,1\text{N}$ panas dalam beaker glass. Larutan asam humat dikisatkan di atas penangas sampai volume ± 5 mL. Larutan asam humat yang telah dikisatkan kemudian dipindahkan ke dalam labu takar 100 mL. Lalu ditambahkan larutan kalium dikromat 2N sebanyak 5,00 mL dan H_2SO_4 pekat sebanyak 7,5 mL, kemudian sampel dimalamkan. Setelah dimalamkan sampel lalu diimpitkan hingga tanda tera dan dihomogenkan. Diukur sampel sebagai C-organik dengan spektrofotometri pada gelombang 561 nm. Kemudian % asam humat dalam sampel ditentukan dengan rumus berikut.

$$x = \frac{(y - a)}{b} \quad (1)$$

Kadar Asam Humat

$$(\% \text{C}) = \frac{\text{ppm kurva} \times \text{fp} \times \text{Vlabu}}{\text{mg sampel}} \times \frac{100}{1000}$$

Keterangan :

x = jumlah sampel yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi blanko (ppm)

y = absorban (ppm)

a = intercept

b = slope

100 = konversi ke %

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengujian yang telah dilakukan terhadap sampel asam humat teknis yang ada di Laboratorium Petrokimia PT Sucofindo SBU Laboratorium sebagaimana dapat dilihat pada Tabel.1 adalah sebagai berikut.

Dari Tabel.1 ditunjukkan hasil yang diperoleh dari penentuan kadar asam humat dengan dua metoda yang berbeda.

Pada metode gravimetri tidak dilakukan penentuan nilai linearitas sedangkan pada metode spektrofotometri UV-Vis dilakukan penentuan nilai linearitas. Linearitas atau nilai korelasi (R) dapat diperoleh dengan cara membuat kurva kalibrasi standar yang menyatakan hubungan antara kadar larutan kerja termasuk blanko dengan respon yang proposional dari instrument.

Hasil plotting konsentrasi dan absorban, didapatkan persamaan garis dari kurva larutan standar asam humat yaitu $y = 0,002714 + 0,001472X$ dengan nilai korelasi (R) yaitu 0,999597 untuk metode spektrofotometri UV-Vis. Nilai korelasi yang dihasilkan memenuhi standar persyaratan yang ada di AOAC (*Association of Official Analytical Chemist*) yaitu $\geq 0,995$. Sehingga menunjukkan bahwa kurva kalibrasi yang diperoleh memiliki hubungan variabel yang kuat antara konsentrasi analit dalam larutan standar dengan intensitas.

Untuk nilai %RSD dari metode gravimetri adalah 4,2218% sedangkan metode spektrofotometri UV-Vis sebesar 4,9388%. Hasil simpangan baku relatif menunjukkan bahwa tingkat ketelitian pengukuran asam humat dengan metode gravimetri dan spektrofotometri UV-Vis dapat diterima. Hal ini sesuai dengan batas keberterimaan presisi melalui uji CRM (*Certified Recovery Material*) adalah jika $\% RSD < 0,67 CV$ Horwitz.

Hasil pengujian kadar asam humat dengan metode gravimetri dan spektrofotometri UV-Vis sebagaimana dapat dilihat pada tabel 4.1. menunjukkan bahwa dua metode yang digunakan memberikan hasil yang berbeda. Kedua metode ini dapat digunakan namun metode ini tidak dapat dibandingkan karena hasilnya berbeda jauh.

Untuk pengujian kadar asam humat menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis proses ekstraksi sampel dan standar bereaksi lebih sempurna berbeda dengan metode gravimetri dengan hasil dapat dilihat pada tabel 4.1 yaitu 29,89% – 31,63%. Preparasi sampel untuk metode spektrofotometri UV-Vis melewati proses pemalaman sampel lebih lama sehingga hasil yang diperoleh lebih maksimal. Namun jika dibandingkan dengan metode gravimetri hasil spektrofotometri UV-Vis ini hanya setengah dari pada hasil gravimetri yaitu 61,08% – 68,52%. Berdasarkan CoA (*Certificate of Analysis*) yang diberikan klien nilai standar dari asam humat adalah 50%. Sehingga dari persentase kadar yang terukur ini sementara dapat disimpulkan bahwa metode gravimetri lebih baik dari pada metode spektrofotometri UV-Vis. Karena hasil yang diperoleh dengan metode gravimetri lebih mendekati nilai standar

asam humat berdasarkan CoA (*Certificate of Analysis*).

Namun kesimpulan di atas belum bisa dipastikan sebelum dilakukan pengujian lebih lanjut dan verifikasi untuk kedua metode ini, karena diasumsikan kesalahan yang mungkin muncul dengan metode spektrofotometri lebih kecil dari pada metode gravimetri. Sebagai contoh, pada metode gravimetri masih ada kemungkinan endapan yang tertinggal di wadah pada saat penyaringan dan pencucian endapan. Kadar asam humat dengan metode gravimetri lebih besar dari pada metode spektrofotometri UV-Vis diduga ada senyawa humat lain yang ikut mengendap selama proses pengendapan.

Tabel 1. Hasil Kadar Asam Humat

Ulangan Sampel	Gravimetri (%)	Spektrofotometri (%)
HA 1	68,52	31,11629
HA 2	67,89	31,63598
HA 3	61,08	28,23304
HA 4	64,18	27,89347
HA 5	62,16	29,41272
HA 6	65,35	29,93988
HA 7	65,39	28,40566
Rata-Rata	64,9396	29,51945
SD	2,7416	1,45791
RSD(%)	4,2218	4,9388
Linearitas	-	0,9995

Struktur polimer dari asam humat yang sangat banyak gugus kromofor menjadi sumber kesalahan yang mungkin muncul dalam penentuan kadar asam humat menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Kesalahan ini bisa berupa pergeseran panjang gelombang maksimum. Pergeseran panjang gelombang saat pengukuran tentu akan memberikan hasil pengukuran yang kurang tepat. Peneliti selanjutnya

sebaiknya menggunakan metode sebagaimana yang disarankan.

KESIMPULAN

Dari studi ini disimpulkan bahwa kadar asam humat yang diperoleh dengan metode gravimetri 61-68% sedangkan untuk metode spektrofotometri UV-Vis 27,89-31,63%. Berdasarkan CoA (*Certificate of Analysis*) dengan nilai standar asam humat 50%, metode gravimetri memberikan hasil lebih mendekati CoA. Metode gravimetri lebih direkomendasikan untuk diterapkan dalam penentuan kadar asam humat dari pada metode spektrofotometri UV-Vis. Untuk keperluan analisis kualitatif, metoda spektrofotometri UV-Vis lebih direkomendasikan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih kami sampaikan pada segenap tim Laboratorium Petrokimia PT Sucofindo SBU yang telah memfasilitasi penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Aiken, G.R., McKnight, D.M., Wershaw, R.I., and MacCarthy, P., 1985, *Humic Substances in Soil, Sediment and Water : Geochemistry, Isolation, and Characterization*, John Wiley & Sons, New York
- Alimin, Narsito, Sri Juari S, dan Sri Noegrohati. 2005. Fraksinasi Asam Humat dan Pengaruhnya pada Kelarutan Ion Logam Seng (II) dan Kadmium (II) : *Jurnal Ilmu dasar*. 6/1 :1-9.
- Chen, Y., Senesi, N., & Schnitzer, M. (1997). Information Provided on Humic Substances by E4/E6 Ratios. *Soil Sci. Am. J.*, 41(41), 352-358.

- Day, R.A. Underwood, A.L., Iis Sofyan (Alih bahasa). (1998). *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi Keenam. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Gusfiyesi, dkk. 2019. *Pengolahan Air Gambut Menjadi Air Bersih dengan Fotokatalis dan Cahaya Matahari di Kelurahan Pasie Nan Tigo Koto Tengah Padang-Sumatera Barat*, Laporan Pengabdian Kepada Masyarakat 2019.
- Gusfiyesi, Randi Permana Putra, 2018. Development of Batch Photocatalytic Solar Reactor into a Continuous System to Degrade Peat Water into Clean Water, *Applied Mechanics and Materials*, Volume 881 tahun 2018, Mei 2018
- Gusfiyesi, Syukra Nezzla, *Sampling dan Uji Kualitas Air Gambut untuk Air Baku Solar Reaktor Fotokatalitik Film TiO₂-UV*, *Jurnal Saini*, vol.1 tahun 2017
- Gusfiyesi, Elizarni, Randi Permana, Berlian Muttaqin, 2016, Design and permormance test of films TiO₂ for solar UV-TiO₂ photocatalytic reactor *The 3rd Annual International Seminar on Trend in Science Proceeding*, UNIMED-Desember 2016
- Gusfiyesi, Elizarni, Berlian Muttaqin, Marina Ersu 2016, Synthesis and characterization of films TiO₂ for solar UV- TiO₂ photocatalytic reactor, *ARPJ Journal of Engineering and Applied Sciences*, September 2017, vol. 12 No. 18, ISSN 1819-6608, hal 51-54.
- Gusfiyesi, 2016. Preparasi dan karakterisasi film TiO₂ untuk reaktor fotokatalitik film TiO₂-UV, *Jurnal Saini*, vol.1 tahun 2016 Juni 2016.
- Gusfiyesi, Admin alif, Hermansyah Azis, Syukri Arif, Edison Munaf., 2014, Degradation of Humic Acid as Peat Water Degradation Model by TiO₂ Thin Layer Photocatalytic Reactor , *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, Vol. 5 No. 4, 918-930
- Gusfiyesi, Admin alif, Hermansyah Azis, Syukri Arif., 2015, Photocatalytic Degradation Study of Humic Acid with TiO₂ Film Coated onto Glassbeads , *Prosiding Seminar Nasional Kimia 2015- UNY*, ISBN: 978-602-14548-2-4 hal. 51-58
- Gusfiyesi, Admin alif, Hermansyah Azis, Syukri Arif., 2015, Photocatalytic Degradation of Humic Acid with TiO₂ Film Coated by Dipcoating Technique, *The 8th Asia Pacific Symposium on Ion Analysis Proceeding*, Online-September 2015
- Gusfiyesi, Admin alif, Hermansyah Azis, Syukri Arif, Abd. Rahim Yacoob., 2015 Photocatalytic Degradation of Humic Acid with TiO₂ Film Coated onto Glassbeads, *The 4th International Conference on Chemical Sciences (4th ICCS) Proceeding*.
- Haris, D.C. (1991). *Quantitative Chemical Analysis*. 3rd edition. New York: W.H. Freeman and Company.
- Hargis, L.G. (1988). *Analytical Chemistry*. New Jersey: Prentice Hall.
- Jeffery, G.H., Baset, J., Mendham, JI., Denney, R.C. (1989). *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis*. 5th edition. New York: Longman Scientific & Technical.

- Korodi Gyula. 2011. Application of humic acids and their derivatives in environmental pollution control. Hungary; *Journal of AARMS*. 11, No. 1 (2012), 61–65.
- Prasasti, D. Juari, S. Sudiono, S. 2012, Studi Kapasitas Adsorpsi-Reduksi ion Au(III) Pada Asam Humat Hasil Isolasi Dari Tanah Gambut Rawa Pening: *Jurnal Ilmiah Kefarmasian*. 2/2 : 141-151.
- Peraturan Menteri Pertanian No. 70/PERMENTAN/SR.40/10/2011