

BAB III  
METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Tata Cara Penelitian

3.1.1. Lokasi pengambilan sampel

Desa Kopeng, Kecamatan Getasan, Salatiga

- Lokasi 1 : Pertanian kubis milik Bapak Sakiran
- Lokasi 2 : Pertanian kubis milik Bapak Daim
- Lokasi 3 : Pertanian kubis milik Bapak Tedjo

3.1.2. Variabel penelitian

- Kedalaman tanah 0 - 10 cm dari permukaan tanah
- Kedalaman tanah 10 - 20 cm dari permukaan tanah
- Kedalaman tanah 20 - 30 cm dari permukaan tanah

3.1.3. Alat dan bahan

Alat :

- Beker glass
- Gelas ukur
- Corong gelas
- Corong pemisah
- Labu takar
- Erlenmeyer
- Cawan porselin
- pH meter
- Evaporator "Buchi"

- Kolom
- Oven
- Furnace
- Peptisator
- Glass wool
- Kertas saring
- Kromatografi gas "Varian 3300"

Bahan :

- Aseton p.a
- Bensena p.a
- Larutan Natrium Klorida 2 %
- Natrium Sulfat Anhidrat p.a
- Petroleum Bensena p.a
- Metilen Klorida teknis
- Florisil p.a
- Hidrogen Peroksida 10 % dan 30 %
- Natrium Pirofosfat

### 3.2. Langkah Kerja

#### 3.2.1. Pengambilan sampel tanah

- Sampel tanah diambil dari perkebunan kubis setelah pasca panen, pada kedalaman 0 - 10 cm, 10 - 20 cm, dan 20 - 30 cm dari permukaan tanah.
- Sampel diambil dari 3 lokasi perkebunan yang berbeda, dan setiap lokasi diambil 5 - 8 tempat

secara acak tergantung dari luas lokasinya. Pada masing-masing lokasi diambil kurang lebih 100 gram tanah kemudian digabungkan dan diaduk secara merata.

Sampel diberi kode sesuai dengan lokasi daerahnya ( $A_1, A_2, A_3$ ), untuk kedalaman diberi indeks 1, 2, 3.

Jadi misalkan kode sampel  $A_{1.1}$  merupakan sampel dari lokasi 1, yaitu pertanian kubis milik Bapak Sakiran, yang diambil pada kedalaman tanah 0 - 10 cm.

### 3.2.2. Preparasi sampel

- Bongkah tanah yang besar dihaluskan dengan tangan dan dikering anginkan pada tempat yang tidak terkena sinar matahari selama 2 hari.
- Sampel tanah ditumbuk dengan lumpang porselin kemudian diayak dengan ayakan berpenampang 100 mesh dan dimasukkan ke dalam botol.

### 3.2.3. Penentuan sifat fisika dan kimia tanah

#### 3.2.3.1. Penentuan tekstur tanah

- Sepuluh gram sampel dihilangkan bahan organiknya direndam dengan  $H_2O_2$  10 % semalam, kemudian dilanjutkan dengan  $H_2O_2$  30 % sambil dipanaskan.
- Lalu di tambah dengan aquades dan HCl 2 N, dididihkan selama 15 menit. Setelah dingin

ditambah air suling dan Natrium Pirofosfat.

- Suspensi yang terjadi disaring dengan ayakan berdiameter 0,05 mm. Bagian yang tidak lolos dari saringan merupakan fraksi pasir. Fraksi ini dimasukkan ke dalam cawan porselin dan dikeringkan dalam oven pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$ , kemudian ditimbang.
- Fraksi debu dan liat diambil dari filtrat pasir. Mula-mula filtrat diencerkan menjadi 1 liter, kemudian dikocok selama 1 menit. Fraksi liat diambil dari pemipetan pada kedalaman kurang lebih 5,2 cm sebanyak 20 ml, kemudian dimasukkan ke dalam cawan dan dikeringkan dalam oven.

#### 3.2.3.2. Penentuan kadar air

- Dua puluh gram sampel tanah dimasukkan ke dalam cawan porselin kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam.
- Kadar air dihitung dari selisih berat sampel kering dengan sampel basah kali 100 %.

#### 3.2.3.3. Penentuan kadar organik

- Lima gram sampel kering dimasukkan kedalam cawan porselin kemudian dipanaskan dalam furnace pada suhu  $600^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam.
- Kadar organik dihitung dari selisih berat abu dengan berat kering kali 100 %.

#### 3.2.3.4. Penentuan pH tanah

- Alat pH meter distandarisasi dengan larutan buffer pada pH 9,3 dan 6,86.
- Seratus gram tanah dicampur dengan air suling sebanyak 250 ml, kemudian diaduk selama 1 jam dan didiamkan semalam, lalu diaduk lagi selama 1/2 jam.
- Kemudian harga pH diukur dengan pH meter yang telah distandarisasi.

#### 3.2.4. Ekstraksi sampel

- Dua puluh lima gram sampel dimasukkan ke dalam beker glass, kemudian ditambahkan 100 ml aseton dan 150 ml bensena, lalu diaduk dengan pengaduk mekanik selama 10 menit dan dibiarkan sampai terbentuk dua lapisan.
- Lapisan atas dan bawah dipisahkan. Lapisan bawah ditambah dengan 150 ml bensena kemudian diaduk kembali seperti di atas. Lapisan atas dan bawah dipisahkan lagi.
- Lapisan atas pertama dicampur dengan lapisan atas kedua kemudian dimasukkan ke dalam corong pemisah dan diekstraksi dengan larutan NaCl 2 %.
- Lapisan air dibuang, ekstrak bensena kemudian dipekatkan sampai 10 ml.
- Ekstrak pekat di "clean up" dengan kromatografi

kolom

### 3.2.5. Pemurnian (Clean up)

- Kolom kromatografi berukuran 400 x 20 mm pada dasarnya di tempatkan glass wool, kemudian diisi dengan 20 gram florisil dan 8 gram natrium sulfat anhidrat di atasnya.
- Isi kolom dibilas dengan 50 ml petroleum bensena.
- Sepuluh ml ekstrak pekat dimasukkan ke dalam kromatografi pada waktu permukaan lapisan petroleum bensena hampir mencapai permukaan natrium sulfat anhidrat.
- Kemudian dielusi dengan 300 ml campuran metilen khlorida dengan petroleum bensena (3:10). Kecepatan elusi diatur sekitar 5 ml/menit.
- Eluat yang diperoleh dipekatkan sampai volume 5 ml. Kemudian dianalisa dengan kromatografi gas cair.

### 3.2.6. Analisa dengan GLC

- 1  $\mu$ l eluat diinjeksikan ke dalam kromatografi gas cair, pada kondisi :
  - Merck : VARIAN 3300
  - Detektor : ECD; AH:8; Range 10
  - Kolom : Campuran OV - 101 dan  
OV - 201
  - Panjang kolom : 2 meter

- Diameter kolom : 0,3 cm
- Suhu injeksi : 270°C
- Suhu Detektor : 340°C
- Suhu kolom : 160 - 250°C (terprogram)
- Gas pembawa : N<sub>2</sub> - UHP
- Kecepatan gas pembawa: 30 ml/menit
- Pencatat : CR - 3A

