

**ANALISIS KADAR NITROGEN (N) DALAM
PUPUK NPK REAKSI PT. PETROKIMIA GRESIK
MENGUNAKAN METODE *IN HOUSE* DAN SNI-
INOVASI**

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Sebagian Syarat Guna Memperoleh
Gelar Sarjana Sains dalam Ilmu Kimia



Oleh:

Nida Awalia

NIM: 1708036013

**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO
SEMARANG
2021**

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertandatangan dibawah ini:

Nama : Nida Awalia

NIM : 1708036013

Jurusan : Kimia

Menyatakan bahwa skripsi yang berjudul:

**Analisa Kadar Nitrogen (N) dalam Pupuk NPK Reaksi PT.
Petrokimia Gresik Menggunakan Metode *in house* dan
SNI-Inovasi**

Secara keseluruhan adalah hasil penelitian/karya saya sendiri, kecuali bagian tertentu yang dirujuk sumbernya.

Semarang, 25 Maret 2021

Pembuat Pernyataan,



Nida Awalia

NIM. 1708036013

PENGESAHAN

Naskah skripsi berikut ini:

Judul : **Analisis Kadar Nitrogen (N) dalam Pupuk NPK Reaksi PT. Petrokimia Gresik Menggunakan Metode *in house* dan SNI-Inovasi**

Nama : Nida Awalia

NIM : 1708036013

Jurusan : Kimia

Telah diujikan dalam sidang munaqosah oleh Dewan Penguji Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo dan dapat diterima sebagai salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Ilmu Kimia.

Semarang, 29 Maret 2021

DEWAN PENGUJI

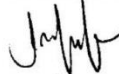
Ketua Sidang,



Dr. Ervin Tri Suryandari, M.Si

NIP. 19740716 200912 2 001

Sekretaris Sidang,



Hj. Malikhatul Hidayah, S.T, M.Pd

NIP. 19830415 200912 2 006

Penguji I,



Dr. Eng. Anissa Adiawena, Purwati

NIP. 19850405201110120 001

Penguji II,



Rizqi Nirwana, S.Si., M.Pd

NIP. 19810414 200501 2 003

Pembimbing I,



Dr. Ervin Tri Suryandari, M.Si

NIP. 19740716 200912 2 001

Pembimbing II,



Mulyatun, S.Pd., M.Si.

NIP.19830504 201101 2 008



NOTA DINAS

Semarang, 24 Maret 2021

Yth. Ketua Program Studi Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Walisongo Semarang

Assalamualaikum. Wr. Wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan bimbingan, arahan dan koreksi naskah skripsi dengan:

Judul : **Analisis Kadar Nitrogen (N) dalam Pupuk NPK Reaksi PT. Petrokimia Gresik Menggunakan Metode *in house* dan SNI-Inovasi**

Nama : Nida Awalia

NIM : 1708036013

Jurusan : Kimia

Saya memandang bahwa naskah skripsi tersebut sudah dapat diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang untuk diujikan dalam Sidang Munaqosah.

Wassalamu'alaikum. Wr. Wb.

Dosen Pembimbing I



Dr. Ervin Tri Suryandari, M.Si
NIP. 19740716 200912 2 001

NOTA DINAS

Semarang, 24 Maret 2021

Yth. Ketua Program Studi Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Walisongo Semarang

Assalamualaikum. Wr. Wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan bimbingan, arahan dan koreksi naskah skripsi dengan:

Judul : **Analisis Kadar Nitrogen (N) dalam Pupuk NPK Reaksi PT. Petrokimia Gresik Menggunakan Metode *in house* dan SNI-Inovasi**

Nama : Nida Awalia

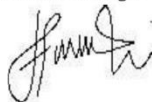
NIM : 1708036013

Jurusan : Kimia

Saya memandang bahwa naskah skripsi tersebut sudah dapat diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang untuk diujikan dalam Sidang Munaqosah.

Wassalamu'alaikum. Wr. Wb.

Dosen Pembimbing II



Mulyatun, S.Pd., M.Si

NIP. 19830504 201101 2 008

ABSTRAK

Analisis kandungan nitrogen dalam pengujian ini dilakukan dengan menggunakan metode *in house* dan SNI-Inovasi. Kedua metode ini dilakukan untuk mengetahui signifikansi dari penggunaan metode *in house* dan SNI-Inovasi dalam menentukan kandungan N pada pupuk NPK Reaksi. Keduanya memanfaatkan prinsip dasar teknik Kjeldahl yang melalui tiga fase, khususnya destruksi, destilasi, dan titrasi. Uji statistik yang diperhitungkan adalah uji kecukupan data, uji akurasi data dan presisi, serta uji T. Rerata kadar nitrogen pupuk NPK Reaksi metode *in house* dan SNI-Inovasi berturut-turut sebesar 14.8551%*b/b* dan 15.386%*b/b*. Hasil uji statistik membuktikan bahwa metode *in house* dan SNI-Inovasi tidak berbeda nyata secara signifikan. Oleh karena itu, metode SNI-Inovasi bisa direkomendasikan menjadi metode analisa pada penetapan kadar nitrogen dalam pupuk NPK Reaksi di PT. Petrokimia Gresik.

Kata kunci: pupuk NPK Reaksi, metode *in house*, kadar N. metode SNI-Inovasi

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Puji syukur penulis panjatkan atas kebajikan Allah SWT yang telah melimpahkan karunia dan ridho-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan sebaik-baiknya. Shalawat serta salam tidak lupa penulis panjatkan kepada panutan umat Islam yaitu baginda Rasul Nabi Muhammad SAW yang telah membawa manusia dari kehidupan yang gelap menuju kehidupan yang terang benderang dengan penuh *Rahmatan Lil'alamin*.

Skripsi ini disusun sebagai persyaratan guna memperoleh gelar sarjana sains ilmu kimia di UIN Walisongo Semarang, Fakultas Sains dan Teknologi, Program Studi Kimia. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. H. Imam Taufiq, M.Ag. selaku Rektor UIN Walisongo Semarang.
2. Dr. H. Ismail, M.Ag. selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.
3. Hj. Malikhatul Hidayah, S.T., M.Pd. sebagai Ketua Program Studi Kimia
4. Dr. Ervin Tri Suryandari, M.Si. selaku Dosen Pembimbing I.

5. Mulyatun, S.Pd., M.Si selaku Dosen Pembimbing II.
6. Bapak/Ibu dosen dan staff Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.
7. Keluarga penulis yaitu H. Muzani dan Hj. Soidatun yang selalu mendorong dan mendo'akan agar skripsi ini cepat selesai, serta adik M. Dani Amrullah dan Masdar Nata Wijaya yang selalu mendo'akan dan memberikan semangat kepada penulis.
8. Teman-teman Program Studi Kimia angkatan 2017 Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang yang telah membantu dan memotivasi penulis.
9. Dan seluruh pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Akhir kata penulis mengharapkan semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan Mahasiswa Program Studi Kimia UIN Walisongo Semarang khususnya serta rekan-rekan pembaca pada umumnya bagi kemajuan ilmu pengetahuan dan teknologi.

Wassalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Semarang, 25 Maret 2021

Penulis

DAFTAR ISI

PERNYATAAN KEASLIAN	ii
PENGESAHAN	iii
NOTA DINAS	iv
ABSTRAK	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	4
C. Tujuan Penelitian	4
D. Manfaat Penelitian	4
BAB II LANDASAN TEORI	5
A. Pupuk NPK	5
B. Analisis Kadar Nitrogen (N)	8
1. Tahap Destruksi	8
2. Tahap Destilasi	9
3. Tahap Titrasi	10
C. Analisis Kadar H ₂ O	10
D. Uji Statistik	11
1. Uji Kecukupan Data	11

2.	Uji Presisi	12
3.	Uji Akurasi	13
4.	Uji T	13
E.	Kajian Pustaka	14
BAB III	METODE PENELITIAN	17
A.	Alat dan Bahan.....	17
1.	Alat.....	17
2.	Bahan	17
B.	Cara Kerja	17
1.	Pengujian Kadar H ₂ O.....	17
2.	Pengukuran Kadar N.....	18
C.	Pengujian Statistik	20
1.	Uji Kecukupan Data.....	20
2.	Uji Presisi	21
3.	Uji Akurasi	22
4.	Uji T	22
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	24
A.	Uji Kadar H ₂ O	24
B.	Kadar N Pupuk NPK Reaksi.....	25
C.	Uji Statistik	26
BAB V	PENUTUP.....	30
A.	Kesimpulan	30
B.	Saran	30
DAFTAR PUSTAKA.....		31
LAMPIRAN		36

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Spesifikasi Persyaratan Mutu Kandungan Unsur Pada Pupuk NPK Padat	7
Tabel 4.1 Hasil Uji Kadar H ₂ O.....	24
Tabel 4.2 Hasil Uji Kadar N pada Pupuk NPK Reaksi	25

DAFTAR GAMBAR

Gambar 4.1 Grafik Kontrol Hasil Uji Akurasi pada Metode <i>in house</i>	27
Gambar 4.2 Grafik Kontrol Hasil Uji Akurasi pada Metode SNI-Inovasi	28

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Artikel Ilmiah	36
Lampiran 2 Perhitungan Analisa	41

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

PT. Petrokimia Gresik adalah anak perusahaan milik negara PT. Pupuk Indonesia (Persero) yang memiliki dua macam produk yaitu pupuk dan non pupuk serta bahan kimia untuk keperluan industri. Produk pupuk yang dibuat oleh PT. Petrokimia Gresik, meliputi pupuk SP-36, pupuk urea, pupuk phonska, pupuk ZA, pupuk phonska oca, pupuk spesifikasi komoditi, pupuk petroganik, pupuk phonska plus, pupuk rock phospate, pupuk ZK, pupuk petro niphos, pupuk KCl, pupuk petro ningrat, pupuk petro bio fertil, dan pupuk petro nitrat. Salah satu produk pupuk yang diproduksi adalah pupuk NPK Reaksi (PT Petrokimia Gresik, 2019). Pupuk NPK Reaksi dibuat dengan memanfaatkan siklus reaksi antara amoniak dan fosfat untuk menghasilkan DAP (*diammonium fosfat*) sebagai bahan dasar komponen N dan P. Sedangkan pupuk NPK granulasi dibuat tanpa melalui siklus reaksi antara amoniak dan fosfat, dimana bahan bakunya dalam bentuk padat sehingga tinggal di *mix*. Komponen yang terkandung dalam pupuk NPK Reaksi adalah nitrogen, fosfor, dan kalium. Nitrogen (N)

merupakan suplemen yang memiliki peran penting dalam pengaturan dan pemicu perkembangan tanaman secara keseluruhan, namun jika jumlahnya berlebihan dapat menghambat pembungaan dan pembuahan tanaman (Wiyantoko, dkk. 2017). Tingginya kadar nitrogen sangat mempengaruhi berat dan panjang perkembangan tanaman (Tjahjaningsih dkk, 2019). Strategi analisa kandungan nitrogen yang digunakan dalam penelitian ini adalah teknik Kjeldahl. Pada dasarnya nitrogen dengan teknik Kjeldahl melalui tiga fase yaitu destruksi, destilasi dan titrasi (Milis Y dan Anjar PA, 2019). Pengujian kadar N dalam pupuk NPK Reaksi diselesaikan dengan menggunakan metode *in house* dan strategi SNI-Inovasi, kedua metode menggunakan teknik kjeldahl yang terdiri dari tahapan destruksi, destilasi, dan titrasi (Milis Y dan Anjar PA, 2019).

Metode *in house* adalah standar yang digunakan rutin di PT. Petrokimia Gresik dengan mengacu pada SNI dan ASTM (*American Society for Testing and Material*) sedangkan metode SNI-Inovasi merupakan pengembangan dari metode *in house* sebagai pilihan lain pada penetapan kadar N dalam pupuk NPK Reaksi dengan tujuan untuk mengetahui signifikansi penggunaan metode *in house* dan SNI-

Inovasi pada penetapan kadar N dalam pupuk NPK Reaksi di PT. Petrokimia Gresik. Pengembangan pada metode SNI-Inovasi terletak pada reagen yang digunakan dan destrat kemudian didinginkan, dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda tera. Uji statistik yang diperhitungkan adalah uji kecukupan data, uji akurasi data dan presisi, serta uji T. Hasil uji statistik digunakan untuk membuktikan apakah suatu hipotesis yang dibuat dapat diterima atau tidak.

Metode SNI-Inovasi digunakan untuk mencoba mencari pilihan yang berbeda dalam rangka meningkatkan keefektifan dan keefisienan dalam proses analisis kadar N, sehingga digunakan dua metode untuk mengetahui signifikansi penggunaan metode *in house* dan SNI-Inovasi pada penetapan kadar N dalam pupuk NPK Reaksi dan dapatkan metode SNI-Inovasi menjadi rekomendasi pada analisa penetapan kadar N dalam pupuk NPK Reaksi di PT. Petrokimia Gresik. Peningkatan keefektifan dan keefisienan tersebut terjadi dengan alasan bahwa penggunaan metode SNI-Inovasi akan menghasilkan produk sesuai dengan SNI (Standar Nasional Indonesia) 2803 tahun 2012 tentang Pupuk NPK. Hal ini dapat meningkatkan kepercayaan konsumen

bahwa pupuk NPK yang diproduksi oleh PT. Petrokimia Gresik memiliki kualitas yang baik.

B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat diambil perumusan masalah sebagai berikut “Bagaimana signifikansi penggunaan metode *in house* dan SNI-Inovasi pada penetapan kadar N dalam pupuk NPK Reaksi?”.

C. Tujuan Penelitian

Tujuan dalam penelitian ini adalah untuk mengetahui signifikansi penggunaan metode *in house* dan SNI-Inovasi pada penetapan kadar N dalam pupuk NPK Reaksi.

D. Manfaat Penelitian

Manfaat dalam penelitian ini adalah dapat menghasilkan produk yang sesuai dengan Standar Nasional Indonesia (SNI) 2803 tahun 2012 tentang pupuk NPK Padat dan meningkatkan kepercayaan bagi konsumen bahwa pupuk NPK yang dihasilkan PT. Petrokimia Gresik itu berkualitas.

BAB II

LANDASAN TEORI

A. Pupuk NPK

Pupuk NPK adalah salah satu produk pupuk PT. Petrokimia Gresik berbentuk granul dengan kandungan unsur hara nitrogen, fosfor, dan kalium. Pupuk NPK merupakan salah satu jenis pupuk anorganik yang sering digunakan oleh masyarakat dalam bidang pertanian dan perkebunan. Kandungan unsur hara dalam pupuk NPK yaitu nitrogen dalam bentuk NH_3 , fosfor dalam bentuk P_2O_5 , dan kalium dalam bentuk K_2O (Wiyantoko, dkk. 2017). Maksud dari pupuk NPK Reaksi adalah pupuk NPK yang dibuat dengan menggunakan proses reaksi antara amoniak dengan asam fosfat untuk menghasilkan DAP (*diammonium phosphate*) sebagai bahan dasar dari unsur N dan P, dimana pupuk tersebut dapat berupa pupuk NPK Phonska, pupuk NPK Phonska Plus dan pupuk NPK Kebomas. Pada PT. Petrokimia Gresik itu sendiri ada 8 pabrik yang bekerja dalam pembuatan pupuk NPK, 4 pabrik dengan proses pembuatan secara granulasi atau bisa disebut dengan NPK Granulasi dan 4 pabrik yang lain dengan proses

pembuatan secara reaksi atau bisa disebut dengan NPK Reaksi.

Pupuk anorganik yang dapat digunakan dalam rangka pemenuhan kebutuhan unsur hara tanaman adalah pupuk NPK. Kelebihan penggunaan pupuk NPK adalah mencakup beberapa unsur dalam satu kali pemberian pupuk sehingga dirasa lebih efisien (Dede Haryadi, dkk. 2015). Penggunaan pupuk NPK dapat dijadikan sebagai alternatif untuk meningkatkan pertumbuhan tanaman dan kandungan unsur hara yang dibutuhkan tanaman di dalam tanah. Pupuk NPK ini menjadi satu-kesatuan yang sangat dibutuhkan tanaman, tanpa adanya suplai nitrogen yang cukup maka pertumbuhan yang baik pada tanaman tidak akan terjadi. Hal ini dikarenakan apabila suatu tanaman kekurangan unsur hara N maka akan menunjukkan pertumbuhan yang kerdil, pertumbuhan akar terbatas, dan daun menjadi warna kuning pucat (Hasibuan, 2006). Peranan utama unsur hara N itu sendiri adalah merangsang pertumbuhan secara keseluruhan, baik batang, cabang, maupun daun (Lingga, 2001).

Tanaman dengan kekurangan unsur hara P juga akan berakibat pada pertumbuhan tanaman yang kerdil, dikarenakan pembelahan sel terganggu.

Kegunaan P sebagai pembentukan daun sedangkan K sebagai pembentukan akar, mengatur air pada tanaman dan membantu proses translokasi fotosintesis. Jika tanaman kekurangan K maka batang dan cabang lemah dan rebah, biji buah mengkusut, serta daunnya akan bercak-bercak coklat (Afif, 2015). Menurut Badan Standardisasi Nasional (2012) 2803 tahun 2012 mengenai spesifikasi persyaratan mutu kandungan unsur pada pupuk NPK padat dapat ditunjukkan pada tabel 2.1:

Tabel 2.1 Spesifikasi Persyaratan Mutu Kandungan Unsur Pada Pupuk NPK Padat

Jenis Uji	Satuan	Persyaratan	Batas Toleransi Minimal yang Diperyaratkan
Nitrogen total*	%b/b	Sesuai formula yang ada di tabel	8%
Fosfor sebagai P ₂ O ₅ total*	%b/b		8%
Kalium sebagai K ₂ O	%b/b		8%
Jumlah kadar N, P ₂ O ₅ , K ₂ O	%b/b		8%
Kadar air	%b/b	Maks.3	-
Cemaran logam:			
-Raksa (Hg)	mg/kg	Maks.10	-

Jenis Uji	Satuan	Persyaratan	Batas Toleransi Minimal yang Diperyaratkan
-Kadmium (Cd)	mg/kg	Maks.100	-
-Timbal (Pb)	mg/kg	Maks.500	-
Arsen (As)	mg/kg	Maks.100	-

Ket: *adalah ADBK (Atas Dasar Berat Kering)

Persyaratan yang telah ditetapkan oleh PT.

Petrokimia Gresik untuk kadar pupuk NPK adalah 15% masing-masing unsur dengan syarat keberterimaan (13,5-16,5)%b/b untuk ADBK.

B. Analisis Kadar Nitrogen (N)

Analisa kadar nitrogen pada metode *in house* dan metode SNI-Inovasi keduanya menggunakan prinsip metode kjeldahl. Pada dasarnya analisa nitrogen dengan metode kjeldahl melalui tiga tahapan, yaitu:

1. Tahap Destruksi

Destruksi adalah suatu proses penghancuran senyawa menjadi unsur-unsurnya, dimana elemen karbon, hidrogen teroksidasi menjadi CO, CO₂, dan H₂O sedangkan nitrogennya berubah menjadi (NH₄)₂SO₄. Pada dasarnya terdapat dua macam destruksi, yaitu destruksi basah dan destruksi kering. Keduanya mempunyai teknik pengerjaan dan lama pemanasan yang berbeda-beda (Kristianingrum, 2012).

Analisis nitrogen dalam penelitian ini menggunakan metode destruksi basah. Pelarut yang dapat digunakan pada destruksi basah adalah HNO_3 , H_2SO_4 , HClO_4 , dan HCl . Proses destruksi dikatakan selesai apabila telah diperoleh larutan jernih pada larutan destruksi. Hal ini menunjukkan konstituen yang ada telah larut secara sempurna dan penghancuran senyawa-senyawa berjalan dengan baik (Kristianingrum, 2012).

2. Tahap Destilasi

Destilasi adalah salah satu teknik pemisahan kimia untuk memisahkan dua atau lebih komponen dalam suatu senyawa berdasarkan perbedaan titik didih (Walangare dkk, 2013). Prinsip dasar destilasi adalah perbedaan titik didih dalam suatu campuran dan larutan dengan titik didih yang lebih rendah akan menguap terlebih dahulu dibandingkan yang lain (Suradi dkk, 2015).

Proses destruksi menjadikan pemecahan $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ menjadi NH_3 dengan penambahan reagen. Ammonia yang terbebas akan ditangkap oleh larutan standar asam atau disebut dengan penjerap. Penjerap yang digunakan dalam

penelitian ini adalah H_2SO_4 0,5N pada metode *in house* dan H_3BO_3 1% pada metode SNI-Inovasi.

3. Tahap Titrasi

Titration adalah metode analisis kimia yang dilakukan untuk menentukan konsentrasi suatu reaktan. Ada tiga reaksi kimia yang digunakan sebagai dasar titration yaitu: 1) reaksi asam kuat dan basa kuat, 2) reaksi asam lemah dan basa kuat, dan 3) reaksi asam kuat dan basa lemah (Chang, 2005). Dalam tahap titration ada beberapa hal yang harus diperhatikan yaitu: 1) larutan standar, 2) indikator, dan 3) perhitungan konsentrasi larutan yang ditentukan.

Titration yang dilakukan dalam penelitian ini adalah titration asam-basa. Titration asam-basa adalah titration yang melibatkan asam dan basa sebagai titer ataupun titran (Simanjuntak, 2018). Prinsip titration asam-basa adalah penetapan kadar asam dengan menggunakan larutan standar basa dan penetapan kadar basa dengan menggunakan larutan standar asam (Ulfa, Retnaningsih dan Aufa, 2017).

C. Analisis Kadar H_2O

Analisis kadar air menjadi salah satu uji laboratorium kimia yang sangat penting, dimana hal

ini dilakukan untuk menentukan ketahanan terhadap kerusakan yang mungkin bisa terjadi (Daud dkk, 2019). Kadar H₂O pada pupuk diukur dengan metode *Karl Fischer Titration* menggunakan alat *karl fischer* dengan menekan tombol start dan akan berakhir otomatis jika telah mencapai titik akhir. Metode KFT (*Karl Fischer Titration*) menggunakan larutan hidranal karena mempunyai kemampuan dalam mengukur kadar H₂O pada sampel yang berbentuk cairan dan padatan (Farida dkk, 2000).

D. Uji Statistik

1. Uji Kecukupan Data

Uji kecukupan data dilakukan untuk memastikan apakah data yang diambil peneliti sudah cukup untuk mewakili suatu populasi. Oleh karena itu, pengambilan data diperlukan jumlah yang banyak untuk mengantisipasi apabila data yang diambil belum cukup. Jumlah data yang diambil dilakukan berdasarkan tingkat keyakinan peneliti. Data pengamatan dianggap cukup apabila $N' < N$ (Sokhibi, 2017).

$$N' = \left(\frac{k \sqrt{N \Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}}{S} \right)^2$$

Keterangan:

N' = Jumlah data seharusnya

N= Jumlah data yang didapat

k= Tingkat kepercayaan dalam pengamatan (k=2,
1- α =95%)

S= Derajat ketelitian dan pengamatan

X= Kadar N

(Purnomo, 2004).

2. Uji Presisi

Uji presisi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kedekatan hasil-hasil pengujian yang telah diperoleh menggunakan sampel, metode, analisis, peralatan, dan laboratorium yang sama (Sa dan Surya, 2010). Ketelitian yang baik adalah apabila nilai %RSD < 2/3CV Horwitz (Harvey D, 2000).

$$\%RSD = \frac{\sigma}{\bar{X}} \times 100\%$$

Keterangan:

RSD = Standar deviasi relatif

σ = Simpangan baku

\bar{X} = Rata-rata kadar N

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \log c}$$

dengan:

$$c = \frac{\sigma}{100} = \text{fraksi kadar}$$

(Utami, 2017).

3. Uji Akurasi

Uji akurasi dilakukan dengan tujuan untuk menentukan populasi data sampel yang digunakan memiliki penyimpangan yang normal dari rata-ratanya pada tingkat kepercayaan tertentu.

$$\text{Upper Control Line (UCL)} = \bar{X} + 3\sigma$$

$$\text{Lower Control Line (LCL)} = \bar{X} - 3\sigma$$

(Rosidi dkk., 2011)

dengan:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{X})^2}{N - 1}}$$

Keterangan:

σ = Simpangan baku

X = Kadar N

\bar{X} = Rata-rata kadar N

N = Jumlah data pengamatan

Data dianggap seragam jika semua sampel data berada pada cakupan range antara batas atas (UWL) dan batas bawah (LWL) (Tuning dan Samin, 2012).

4. Uji T

Uji T dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui apakah suatu hipotesis dapat diterima atau ditolak. Jika $T_{hitung} < T_{tabel}$ maka H_0 diterima

dan H_1 ditolak, dan jika $T_{hitung} > T_{tabel}$ maka H_0 ditolak dan H_1 diterima (Santoso, 2018).

Hipotesis nol (H_0): Rerata hasil pengujian metode *in house* dan metode SNI-inovasi tidak berbeda nyata secara signifikan.

Hipotesis alternatif (H_1): Rerata hasil pengujian *in house* dan metode SNI-Inovasi berbeda nyata secara signifikan.

$$T_{hitung} = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{S_{gabungan} \left(\sqrt{\frac{1}{N_1} + \frac{1}{N_2}} \right)}$$

Keterangan:

\bar{X}_1 = Rata-rata kadar N metode *in house*

\bar{X}_2 = Rata-rata kadar N metode SNI-Inovasi

N_1 = Jumlah pengamatan metode *in house*

N_2 = Jumlah pengamatan metode SNI-Inovasi

Sgab= Standar deviasi gabungan

E. Kajian Pustaka

Penelitian tentang analisis kadar nitrogen sudah pernah dilakukan, diantaranya yaitu penelitian yang dilakukan oleh Amalia dan Fajri, (2020) mengenai “Analisis Kadar Nitrogen dalam Pupuk Urea *Prill* dan *Granule* Menggunakan Metode Kjeldahl di PT Pupuk Iskandar Muda” yang didapatkan bahwa hasil analisis kadar nitrogen menggunakan

metode kjeldahl tidak melewati batas parameternya yaitu minimal 46% dan sesuai dengan kadar nitrogen yang dianjurkan oleh Kementerian Perindustrian. Mengacu pada jurnal tersebut maka dalam penelitian ini digunakanlah metode kjeldahl dalam analisis nitrogen dengan harapan menghasilkan kadar nitrogen yang dianjurkan oleh Kementerian Perindustrian.

Penelitian lain dilakukan oleh Milis Y dan Anjar PA, (2019) mengenai “Analisis Kadar Nitrogen pada Pupuk Urea, Pupuk Cair dan Pupuk Kompos dengan Metode Kjeldahl” yang dihasilkan bahwa persentase kadar nitrogen berturut-turut adalah 46,04; 2,79 dan 0,0360%, dimana berdasarkan data tersebut pupuk urea dan pupuk kompos layak sebagai produk yang diperjual belikan karena memenuhi SNI 19-7030-2004 sedangkan pupuk cair tidak memenuhi SNI karena mempunyai nilai yang lebih rendah berdasarkan baku standar kadar nitrogen pupuk cair. Oleh karena itu, pada penelitian kali ini digunakanlah pupuk padat dengan harapan kadar nitrogen yang diperoleh sesuai dengan standar baku kadar nitrogen yang telah ditetapkan.

Penelitian selanjutnya dilakukan oleh Wiyantoko dkk, (2017) mengenai “Pengujian Nitrogen

Total, Kandungan Air dan Cemaran Logam Timbal pada Pupuk Anorganik Nitrogen *Phospor* Kalium (NPK) Padat” yang didapatkan bahwa hasil uji pada sampel pupuk NPK Padat memenuhi syarat baku mutu SNI 2803:2010. Mengacu pada jurnal tersebut dihasilkan kadar nitrogen total pada pupuk NPK padat memenuhi syarat baku SNI 2803:2010 dengan menggunakan metode kjeldahl, maka dilakukan inovasi pada penelitian kali ini yaitu dengan metode SNI-Inovasi dimana dilakukan pengembangan pada reagen yang digunakan dan hasil destruksi sampel didinginkan serta dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL. Kemudian dilakukan pengujian statistik untuk mengetahui signifikansi penggunaan metode *in house* dan SNI-Inovasi pada penetapan kadar N dalam pupuk NPK Reaksi.

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah labu ukur 500 mL, spatula, pipet volume, neraca analitik, erlenmeyer, labu *kjeldahl*, alat destilasi *vapodest*, buret, dan alat destilasi.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel produk pupuk NPK Reaksi, akuades, H_2SO_4 98% (Merck), H_2SO_4 0,5 N (Merck), H_2SO_4 0,05 N (Merck), NaOH 0,25 N (Merck), H_3BO_3 1% (Merck), indikator *conway*, indikator PP, dan indikator *mix acid*.

B. Cara Kerja

1. Pengujian Kadar H_2O

Kadar H_2O pada pupuk NPK Reaksi diukur dengan metode *Karl Fischer Titration* menggunakan alat *karl fischer*, dimulai dengan menekan tombol start dan akan berakhir otomatis jika telah mencapai titik akhir. Metode KFT (*Karl Fischer Titration*) menggunakan larutan hidranal karena mempunyai kemampuan dalam mengukur

kadar H₂O pada sampel yang berbentuk cairan dan padatan (Farida dkk, 2000).

2. Pengukuran Kadar N

a. Metode *in house*

Tahap destruksi diawali dengan penimbangan sampel $\pm 0,8$ g kemudian alat destruksi dipanaskan dan sampel dalam labu kjeldahl diberi sedikit akuades serta H₂SO₄ 98% sebanyak 25 mL. Proses dilanjutkan dengan penetes indikator PP dalam labu kjeldahl yang telah selesai didestruksi.

Tahap destilasi diawali dengan pembuatan penjerap yaitu H₂SO₄ 0,5 N 25 mL dengan indikator *mix acid* dalam erlenmeyer. Sampel pada wadah labu kjeldahl dimasukkan ke alat destilasi vapodest lalu didestilasi sampai selesai.

Tahap titrasi dimulai dengan pembuatan titran yaitu NaOH 0,25 N. Destilat dititrasi dengan NaOH 0,25 N untuk diketahui kadar nitrogen (%N) pada sampel pupuk NPK Reaksi.

Persentase nitrogen dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\%N = \frac{(N_1 \times V_1) - (N_2 \times V_2) \times 14 \times 100}{\text{bobot penimbangan}} F \quad (3.1)$$

Keterangan:

N1= Normalitas H₂SO₄

V1= Volume H₂SO₄

N2= Normalitas NaOH

V2= Volume NaOH

b. Metode SNI-Inovasi

Tahap destruksi diawali dengan penimbangan sampel ±0,5 g kemudian alat destruksi dipanaskan dan sampel dalam labu kjeldahl diberi sedikit akuades serta H₂SO₄ 98% sebanyak 25 mL. Dilanjutkan dengan pendinginan dan penambahan akuades hingga tanda tera dalam labu ukur 500 mL, kemudian dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* dan diambil 25 mL menggunakan pipet volume dan dimasukkan kembali ke dalam labu kjeldahl. Proses dilanjutkan dengan penetesan indikator PP dalam labu kjeldahl.

Tahap destilasi diawali dengan pembuatan penjerap yaitu H₃BO₃ 1% 25 mL dengan indikator *conway* dalam erlenmeyer. Sampel pada wadah labu kjeldahl dimasukkan ke alat destilasi vapodest lalu didestilasi

sampai selesai.

Tahap titrasi diawali dengan pembuatan titran yaitu H_2SO_4 0,05 N. Destilat dititrasi dengan H_2SO_4 0,05 N untuk diketahui kadar nitrogen (%N) pada sampel pupuk NPK Reaksi.

Persentase nitrogen dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\%N = \frac{V_p \times N_p \times A_r \times N \times F_p}{\text{bobot sampel (mg)}} \times 100\% \quad (3.2)$$

Keterangan:

V_p = Volume titran

N_p = Normalitas titran

$A_r \text{ N}$ = Massa atom relatif N (14)

F_p = Faktor pengenceran

C. Pengujian Statistik

Analisa data secara statistik dilakukan melalui uji kecukupan data, uji presisi dan akurasi data, serta uji T. Hal ini digunakan untuk mengetahui apakah hipotesis yang telah dibuat dapat diterima atau tidak.

1. Uji Kecukupan Data

Data pengamatan dianggap cukup apabila $N' < N$.

$$N' = \left(\frac{k \sqrt{N \Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}}{S \Sigma x} \right)^2 \quad (3.3)$$

Keterangan:

N' = Jumlah pengamatan yang harus dilakukan

k = Tingkat kepercayaan dalam pengamatan (k=2, 1-α=95%)

S = Derajat ketelitian dan pengamatan

N = Jumlah pengamatan yang sudah dilakukan

X = Kadar N

(Purnomo, 2004)

2. Uji Presisi

Ketelitian yang baik adalah apabila nilai %RSD < 2/3CV Horwitz.

$$\%RSD = \frac{\sigma}{\bar{X}} \times 100\% \quad (3.4)$$

Keterangan:

RSD = Standar deviasi relatif

σ = Simpangan baku

\bar{X} = Rata-rata kadar N

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \log c} \quad (3.5)$$

dengan:

$$c = \frac{\sigma}{100} = \text{fraksi kadar} \quad (3.6)$$

3. Uji Akurasi

$$\text{Upper Control Line (UCL)} = \bar{X} + 3\sigma$$

$$\text{Lower Control Line (LCL)} = \bar{X} - 3\sigma$$

(Rosidi *dkk*, 2011).

dengan:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum(X-\bar{X})^2}{N-1}} \quad (3.7)$$

Keterangan:

σ = Simpangan baku

X = Kadar N

\bar{X} = Rata-rata kadar N

N = Jumlah data pengamatan

Data dianggap seragam jika semua sampel data berada pada cakupan range antara batas atas (UWL) dan batas bawah (LWL) (Tuning dan Samin, 2012).

4. Uji T

Jika $T_{hitung} < T_{tabel}$ maka H_0 diterima dan H_1 ditolak, dan jika $T_{hitung} > T_{tabel}$ maka H_0 ditolak dan H_1 diterima (Santoso, 2018).

$$T_{hitung} = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{S_{gabungan} \left(\sqrt{\frac{1}{N_1}} + \sqrt{\frac{1}{N_2}} \right)} \quad (3.8)$$

Keterangan:

\bar{X}_1 = Rata-rata kadar N metode *in house*

\bar{X}_2 = Rata-rata kadar N metode SNI-Inovasi

N_1 = Jumlah pengamatan metode *in house*

N_2 = Jumlah pengamatan metode SNI-Inovasi

S_{gab} = Standar deviasi gabungan

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Uji Kadar H₂O

Uji kadar H₂O dilakukan dengan menggunakan metode *Karl Fischer Titration*. Analisa kadar N pada pupuk NPK Reaksi dihitung dalam bentuk ADBK (Atas Dasar Berat Kering) dan ADBB (Atas Dasar Berat Basah), ADBK itu sendiri didapatkan ketika nilai kadar H₂O sudah diperhitungkan dengan menggunakan metode *Karl Fischer Titration*. Hasil uji kadar H₂O ditunjukkan pada tabel 4.1:

Tabel 4.1 Hasil Uji Kadar H₂O

Bobot Sampel (g)	Volume Penitran (mL)	Kadar H₂O (%)
0.2762	0.5580	1.36
0.3027	0.6050	0.88
0.3847	0.7580	0.87
0.1762	0.4340	1.06
0.1193	0.2790	1.01
0.1681	0.4970	1.28
0.1384	0.3890	1.21

Hasil kadar H₂O menggambarkan bahwa kadar H₂O bisa dikatakan nilai yang fluktuatif, dikarenakan sampel yang dipakai bersifat hidrofilik. Oleh karena itu, faktor penyimpanan sampel berpengaruh terhadap kadar H₂O pupuk NPK Reaksi (Dinas Pertanian, 2018).

B. Kadar N Pupuk NPK Reaksi

Kadar N pada pupuk NPK Reaksi dengan metode *in house* dan metode SNI-Inovasi ditunjukkan pada tabel 4.2:

Tabel 4.2 Hasil Uji Kadar N Pada Pupuk NPK Reaksi

Metode <i>in house</i>		Metode SNI-Inovasi	
% (b/b) ADBB	% (b/b) ADBK	% (b/b) ADBB	% (b/b) ADBK
14.06663	14.26058	15.60067	15.73918
14.00406	14.19715	16.08388	16.22667
13.88195	14.07335	15.34091	15.4771
14.52764	14.72794	15.50804	15.64572
14.19448	14.39019	14.26099	14.3876
13.83936	14.03017	14.5774	14.70534
14.04385	14.23748	15.64865	15.78599
14.43978	14.63887	14.81558	14.94561
14.8858	15.09103	15.7017	15.8395
14.69531	14.89792	15.2383	15.37204
14.65442	14.85647	15.37936	15.54413
14.68709	14.88959	14.55167	14.71212
13.80675	15.48131	15.1047	15.26653
15.11789	15.32633	14.95768	15.11793
14.99217	15.19887	14.73526	14.8856
14.80727	15.01143	16.33744	16.50413
14.93707	15.14301	15.90493	16.06721
15.03819	15.24553	16.58187	16.75106
14.95425	15.16043	14.34894	14.49535
15.03705	15.24438	15.83051	16.03576
14.64044	14.8423	14.7066	14.89729
15.13155	15.34017	14.92209	15.11557
15.0349	15.24219	15.00397	15.19851
15.42391	15.63657	14.92904	15.12261
14.62406	14.82569	15.28518	15.4724

Metode <i>in house</i>		Metode SNI-Inovasi	
% (b/b) ADBB	% (b/b) ADBK	% (b/b) ADBB	% (b/b) ADBK
14.71886	14.92179	14.34672	14.52244
14.82769	15.03212	15.51401	15.70403
14.89851	15.10392	15.75835	15.95136
14.40903	14.60769	15.1386	15.32402
Rata-rata ADBK= 14.8551%b/b		Rata-rata ADBK= 15.386%b/b	

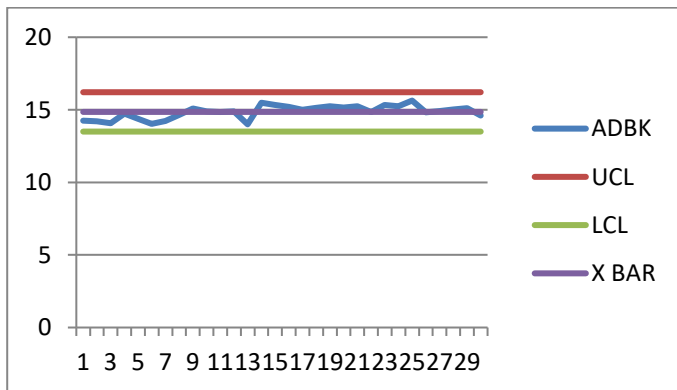
C. Uji Statistik

Data dalam penelitian ini diambil sebanyak 30 kali pengulangan pada setiap metode. Uji kecukupan data yang digunakan dibuktikan dengan analisa secara statistik, dimana hasil perhitungan menunjukkan bahwa nilai $N' < N$ maka data yang telah diambil dianggap sudah cukup dan tidak perlu melakukan pengambilan data kembali.

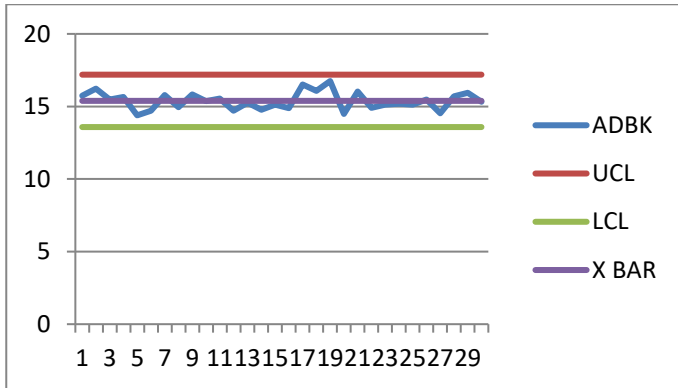
Uji presisi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kedekatan nilai pengulangan yang telah diperoleh, ketelitian yang baik adalah apabila nilai $\%RSD < \text{nilai } 2/3CV \text{ Horwitz}$ (Sumardi, 2001). Hasil perhitungan uji presisi kedua metode menunjukkan bahwa $\%RSD > \text{nilai } 2/3CV \text{ Horwitz}$ yaitu $3.04\%b/b > 0.883\%b/b$ dan $4\%b/b > 1.7667\%b/b$, dikarenakan perolehan data dalam kedua metode menunjukkan nilai yang fluktuatif sehingga tingkat presisi yang

didapat juga rendah. Keberterimaan presisi adalah apabila nilai %RSD < nilai $2/3CV$ Horwitz (Friscylia dkk, 2019), artinya presisi data yang telah didapatkan belum terpenuhi dan menunjukkan bahwa data tersebut memiliki ketelitian yang kurang baik.

Uji akurasi dihitung dengan tujuan guna mengetahui derajat kedekatan antar kadar hasil analisis pada tiap pengulangan dengan rerata data secara keseluruhan (Hajar, 2020). Uji akurasi dihitung berdasarkan *upper and lower control levels* (CL). Hasil pengujian akurasi data dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan 4.2:



Gambar 4.1 Grafik Kontrol Hasil Uji Akurasi pada Metode *in house*



Gambar 4.2 Grafik Kontrol Hasil Uji Akurasi pada Metode SNI-Inovasi

Gambar 4.1 dan 4.2 menunjukkan bahwa titik-titik data pada tiap pengulangannya tidak ada yang melewati batas CL, artinya seluruh data yang didapatkan itu masuk pada rentang akurasi yang diperoleh. Hal yang demikian menandakan data yang diperoleh dapat diterima dan memiliki tingkat akurasi yang baik.

Uji T adalah uji signifikansi koefisien regresi yang dapat menunjukkan berpengaruh atau tidaknya satu variabel independen secara individual dalam menjelaskan variabel dependen (Haslinda dan Muhammad, 2016). Penggambaran uji T yang dapat diambil adalah tolak H_0 jika $T_{hitung} \geq T_{tabel}$ dan tolak H_1 jika $T_{hitung} < T_{tabel}$ (Santoso, 2018). Hasil perhitungan analisis uji T didapatkan nilai T_{hitung} sebesar -2.004

sedangkan T_{tabel} sebesar 2.042, hal ini menunjukkan bahwa H_1 ditolak dan H_0 diterima. Artinya, secara signifikan hasil pengujian penggunaan kedua metode baik metode *in house* dan SNI-Inovasi tidak berbeda nyata. Hasil uji T membuktikan bahwa H_0 diterima, artinya metode SNI-Inovasi bisa direkomendasikan sebagai metode analisa pada penetapan kadar nitrogen dalam pupuk NPK Reaksi di PT. Petrokimia Gresik.

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Rerata kadar nitrogen dalam pupuk NPK Reaksi menggunakan metode *in house* dan SNI-Inovasi yaitu sebesar 14.8551%*b/b* dan 15.386%*b/b*. Hasil uji statistik membuktikan bahwa metode *in house* dan SNI-Inovasi tidak berbeda nyata secara signifikan. Oleh karena itu, metode SNI-Inovasi bisa direkomendasikan sebagai metode analisa pada penetapan kadar nitrogen dalam pupuk NPK Reaksi di PT. Petrokimia Gresik.

B. Saran

Perlu dilakukan uji lanjutan seperti uji validasi untuk mengetahui apakah metode SNI-Inovasi telah valid untuk ditetapkan dan digunakan dalam penetapan analisis kadar nitrogen (N) pupuk NPK Reaksi di PT. Petrokimia Gresik.

DAFTAR PUSTAKA

- Afif, M. (2015) *Pengaruh Dosis Pupuk NPK Terhadap Pertumbuhan dan Hasil Produksi Tanaman Bayam (Amaranthus spp)*. Universitas Teuku Umar. Available at: <http://repository.utu.ac.id/118/1/I-V.pdf>.
- Amalia, D. and Fajri, R. (2020) 'Analisis Kadar Nitrogen Dalam Pupuk Urea Prill Dan Granule Menggunakan Metode Kjeldahl Di Pt Pupuk Iskandar Muda', *QUIMICA: Jurnal Kimia Sains dan Terapan*, 2(1), pp. 28–32. doi: 10.33059/jq.v2i1.2639.
- Badan Standardisasi Nasional (2012) *Standar Nasional Indonesia 2803:2012 Pupuk NPK Padat*. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- Chang, R. (2005) *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti Kimia Edisi Ketiga Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Daud, A., Suriati and Nuzulyanti (2019) 'Kajian Penerapan Faktor yang Mempengaruhi Akurasi Penentuan Kadar Air Metode Thermogravimetri', *Lutjanus*, 24(2), pp. 11–16.
- Dede Haryadi, Husna Yetti, S. Y. (2015) 'Pengaruh Pemberian Beberapa Jenis Pupuk Terhadap Pertumbuhan dan Produksi Tanaman Kailan (*Brassica albogabra L.*)', *Jom Faperta*, 2(2). doi: 10.15036/arerugi.44.821_2.
- Dinas Pertanian (2018) *Pupuk NPK Phonska, Fungsi Dan Manfaatnya Untuk Tanaman*. Available at: <https://bulelengkab.go.id/detail/artikel/pupuk-npk-phonska-fungsi-dan-manfaatnya-untuk-tanaman-13> (Accessed: 29 September 2020).
- Farida, N. Yudhi, Lilis. W, P. K. (2000) 'Studi Banding

Penentuan Kadar H₂O Dalam Serbuk UO₂ Menggunakan Metode MEA (Moisture Evolution Analysis) Dan KFT (Karl Fischer Titration)', *Prosiding Presentasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir V P2TDBU & P2BGN*.

Frisclyia, Koesnarpadi, S. and Panggabean, A. S. (2019) 'Verifikasi Metode Penentuan Timbal (Pb) Pada Pupuk NPK Menggunakan Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) Di PT Pupuk Kalimantan Timur', *Jurnal Kimia FMIPA UNMUL*, pp. 4–8.

Hajar, I. (2020) *Uji Perbandingan Metode In House Dengan Metode Inovasi Penetapan Kadar Fosfor P2O5 Total Pada Pupuk NPK Reaksi Secara Spektrofotometri Sinar Tampak di PT Petrokimia Gresik*. doi: 10.1017/CBO9781107415324.004.

Harvey D (2000) *Modern Analytical Chemistry*. USA: Mc Graw Hill Companies.

Hasibuan (2006) *Ilmu Tanah*. Medan: FP USU.

Haslinda and Muhammad, J. (2016) 'Pengaruh Perencanaan Anggaran Dan Evaluasi Anggaran Terhadap Kinerja Organisasi Dengan Standar Biaya Sebagai Variabel Moderating Pada Pemerintah Daerah Kabupaten Wajo', *Jurnal Ilmiah Akuntansi Peradaban*, 11(1), p. 10.

Kristianingrum, S. (2012) 'Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya', *Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*, 2(3), pp. 195–202.

Lingga, P. dan M. (2001) *Petunjuk Penggunaan Pupuk*. Jakarta: Penebar Swadaya.

Milis Y and Anjar PA (2019) 'Analisis Kadar Nitrogen Pada

Pupuk Urea, Pupuk Cair Dan Pupuk Kompos Dengan Metode Kjeldahl', 1(1), pp. 28–34.

PT Petrokimia Gresik (2019) *Sejarah Perusahaan*. Available at: <https://petrokimia-gresik.com/page/sejarah-perusahaan>. (Accessed: 15 February 2020).

Purnomo, H. (2004) *Pengantar Teknik Industri*. Yogyakarta: Penerbit Graha Ilmu.

Rosidi *et al.* (2011) 'CONTROL CHART HASIL ANALISIS Zn DALAM SERUM SECARA AAN SEBAGAI PENGENDALI MUTU', pp. 278–281.

Sa, E. and Surya, A. (2010) 'Produk Air Minum dalam Kemasan Secara Laboratorium Penguji Baristand Air Minum dalam Kemasan Ini', 1(2), pp. 31–37.

Santoso, L. (2018) 'Analisis Pengaruh Price, Overall Satisfaction, Dan Trust Terhadap Intention to Return Pada Online Store Lazada', *Agora*, 6(1), p. 287262.

Simanjuntak, R. (2018) 'Penetapan Kadar Asam Lemak Bebas Pada Sabun Mandi Cair Merek "Lx" Dengan Metode Titrasi Asidimetri', *Jurnal Ilmiah Kohesi*, 2(4), pp. 59–70.

Sokhibi, A. (2017) 'PERANCANGAN KURSI ERGONOMIS UNTUK MEMPERBAIKI POSISI KERJA PADA PROSES PACKAGING JENANG KUDUS Akhmad Sokhibi Program Studi Teknik Industri , Fakultas Teknik , Universitas Muria Kudus Jl . Lingkar Utara Gondangmanis Bae Kudus Jawa Tengah 59327 Email : akh.', 3(1), pp. 61–72.

Sumardi (2001) *Validasi Metode Analisis*. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.

Suradi *et al.* (2015) 'Alat Distilasi Sederhana Berbasis Peralatan Rumah Tangga', *Jurnal Pendidikan dan*

Pembelajaran Kimia, 4(3), pp. 1125–1136.

- Tjahjaningsih, W., Widaratna, A. P. and Alamsjah, M. A. (2019) 'Pengaruh Kombinasi Pupuk NPK Dan TSP Terhadap Pertumbuhan, Kadar Air Dan Klorofil A *Gracilaria verrucosa*', *Jurnal Ilmiah Perikanan dan Kelautan*, 1(1), p. 103. doi: 10.20473/jipk.v1i1.11705.
- Tuning, S. and Samin, S. (2012) 'PENGENDALIAN MUTU HASIL UJI UNSUR-UNSUR Ca DAN Mg DALAM AIR TANGKI REAKTOR DENGAN METODE AAS', *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah - Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir*, pp. 184–189.
- Ulfa, A., Retnaningsih, A. and Aufa, R. (2017) 'Penetapan Kadar Asam Lemak Bebas Pada Minyak Kelapa, Minyak Kelapa Sawit Dan Minyak Zaitun Kemasan Secara Alkalimetri', *Jurnal Analis Farmasi*, 2(4), pp. 242–250.
- Utami, A. R. (2017) 'Verifikasi Metode Pengujian Sulfat Dalam Air dan Air Limbah Sesuai SNI 6989.20 : 2009', *Jurnal Teknologi Proses dan Inovasi Industri*, 2(1). doi: 10.36048/jtpii.v2i1.2726.
- Walangare, K. B. A. *et al.* (2013) 'Rancang Bangun Alat Konversi Air Laut Menjadi Air Minum Dengan Proses Destilasi Sederhana Menggunakan Pemanas Elektrik', *e-Jurnal Teknik Elektro dan komputer*.
- Wiyantoko, B., Kurniawati, P. and Purbaningtias, T. E. (2017) 'Pengujian Nitrogen Total, Kandungan Air Dan Cemar Logam Timbal Pada Pupuk Anorganik Npk Padat', *JST (Jurnal Sains dan Teknologi)*, 6(1), pp. 51–60. doi: 10.23887/jst-undiksha.v6i1.9439.

RIWAYAT HIDUP

A. Identitas Diri

1. Nama Lengkap : Nida Awalia
2. Tempat & Tgl. Lahir : Tegal, 26 Maret 1999
3. Alamat Rumah : Jl. Ali Imron no.46 RT 02 RW
01 Kertasari Suradadi Tegal
HP : 0853-2669-5736
E-mail : nidaamalia263@gmail.com

B. Riwayat Pendidikan

1. Pendidikan Formal:

- a. MI NU 01 Kertasari 2005-2011
- b. MTs NU 01 Suradadi 2011-2014
- c. SMA Negeri 3 Pemalang 2014-2017
- d. Kimia UIN Walisongo Semarang 2017-2021

2. Pendidikan Non-Formal:

- a. TK/TPA MNU ASY-SYIFA Blendung Kertasari Suradadi Tegal 2005-2009
- b. MDTA Kertasari Suradadi Tegal 2008-2012
- c. MDW SALAFIYAH Kauman Pemalang 2014-2017

C. Publikasi Ilmiah

- a. Analisis Kadar Nitrogen (N) dalam Pupuk NPK Reaksi PT. Petrokimia Gresik Menggunakan Metode *in house* dan SNI-Inovasi

Semarang, 25 Maret 2021

Nida Awalia

NIM : 1708036013

LAMPIRAN

Lampiran 1 Artikel Ilmiah

Analisis Kadar Nitrogen (N) dalam Pupuk NPK Reaksi... (Awalia dan Fitriani)

ANALISIS KADAR NITROGEN (N) DALAM PUPUK NPK REAKSI PT. PETROKIMIA GRESIK MENGGUNAKAN METODE *IN HOUSE* DAN SNI-INOVASI

Nida Awalia*, dan Ika Nur Fitriani

Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Walisongo Semarang
Jl. Prof. Dr. Hamka, Tambakaji, Kec. Ngaliyan, Kota Semarang, Jawa Tengah 50185.
*Email: nidaawalia99@gmail.com

Abstrak

Uji kadar nitrogen dilakukan untuk mengetahui kadar nitrogen pada pupuk NPK Reaksi hasil produksi pabrik II PT Petrokimia Gresik. Pengujian kadar nitrogen pada penelitian ini menggunakan dua metode yaitu metode *in house* dan metode SNI-Inovasi mengenai pupuk NPK Reaksi yang juga digunakan sebagai acuan standar hasil pengujian. Metode SNI-Inovasi dilakukan untuk mengetahui ada atau tidaknya reagen lain yang bisa digunakan untuk analisis kadar N selain reagen yang biasa digunakan pada metode *in house*. Kedua metode tersebut menggunakan prinsip dasar metode kjeldahl yang melalui tiga tahapan yaitu destruksi, destilasi, dan titrasi. Parameter statistik yang dianalisa pada penelitian ini diantaranya adalah uji kecukupan data, uji presisi dan akurasi data, serta uji T. Rata-rata kadar nitrogen pupuk NPK Reaksi menggunakan metode *in house* dan SNI-Inovasi berturut-turut sebesar 14,851%*ab/b* dan 15,386%*ab/b*. Hasil uji statistik menunjukkan bahwa metode *in house* dan SNI-Inovasi tidak berbeda nyata secara signifikan sehingga metode SNI-Inovasi dapat direkomendasikan sebagai metode analisa dalam penetapan kadar nitrogen pada pupuk NPK Reaksi di PT. Petrokimia Gresik.

Kata kunci: metode *in house*, metode SNI-Inovasi, kadar N, pupuk NPK Reaksi

1. PENDAHULUAN

PT. Petrokimia Gresik adalah salah satu anak perusahaan dari BUMN PT. Pupuk Indonesia (Persero) yang memiliki dua kategori produk yaitu pupuk dan non pupuk serta bahan-bahan kimia untuk keperluan industri. Salah satu produk kategori pupuk yang dihasilkan oleh perusahaan ini adalah pupuk NPK Reaksi (PT Petrokimia Gresik, 2019). Pupuk NPK Reaksi dibuat dengan menggunakan proses reaksi antara ammoniak dengan asam fosfat sebagai bahan dasar dari unsur N dan P. Unsur-unsur yang terkandung dalam pupuk NPK Reaksi adalah nitrogen, fosfor, dan kalium.

Nitrogen (N) adalah unsur hara yang memiliki peran penting dalam pembentukan dan merangsang pertumbuhan tanaman secara keseluruhan tetapi jika jumlahnya berlebihan maka dapat menghambat pembuahan dan pembungaan suatu tanaman (Wiyantoko dkk, 2017). Jumlah nitrogen yang tinggi sangat berpengaruh terhadap pertumbuhan berat maupun panjang suatu tanaman (Wahyu Tjahjaningsih dan Anugraheny Widaratna Pratiwi, 2019).

Pengujian kadar N dalam pupuk NPK Reaksi dilakukan dengan menggunakan metode *in house* dan metode SNI-Inovasi, kedua metode ini berprinsip dasar metode kjeldahl yang terdiri dari tahap destruksi, destilasi, dan

titrasi (Milis Y dan Anjar PA, 2019). Analisis kadar H₂O pada pupuk NPK Reaksi dilakukan dengan menggunakan *Karl Fischer Titration*.

Metode *in house* adalah metode rutin yang digunakan di PT. Petrokimia Gresik dengan mengacu pada SNI (Standar Nasional Indonesia) dan ASTM (*American Society for Testing and Material*) sedangkan metode SNI-Inovasi adalah metode *in house* yang kemudian dikembangkan sebagai alternatif lain untuk meningkatkan keefisienan dan keefektifan dalam proses analisis, sehingga dilakukanlah analisa kadar N pada pupuk NPK Reaksi di PT. Petrokimia Gresik dengan menggunakan kedua metode tersebut.

Pengembangan atau perubahan pada metode SNI-Inovasi terletak pada reagen yang digunakan dan hasil destruksi sampel yang kemudian didinginkan, dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda tera. Parameter statistik yang dianalisa pada penelitian ini adalah uji kecukupan data, uji presisi dan akurasi data, serta uji T. Parameter statistik ini digunakan untuk mengetahui dan membuktikan apakah suatu hipotesis yang kita buat dapat diterima atau tidak.

Metode SNI-Inovasi digunakan dalam rangka mencoba mencari alternatif lain untuk meningkatkan segi keefisienan maupun

keefektifan dalam proses analisis, sehingga dilakukanlah analisis kadar N dengan menggunakan dua metode untuk mengetahui ada atau tidaknya perbedaan yang signifikan antara metode *in house* dan metode SNI-inovasi pada penetapan kadar N dalam pupuk NPK Reaksi di PT.

Petrokimia Gresik dan dapatkan metode SNI-Inovasi dijadikan sebagai rekomendasi metode analisa dalam penetapan kadar nitrogen pada pupuk NPK Reaksi di PT. Petrokimia Gresik. Peningkatan segi keefisienan dan keefektifan terjadi karena dengan menggunakan metode SNI-Inovasi akan menghasilkan produk yang sesuai dengan Standar Nasional Indonesia (SNI) 2803 tahun 2012 tentang pupuk NPK Reaksi. Hal ini juga dapat meningkatkan kepercayaan bagi konsumen bahwa pupuk NPK yang dihasilkan PT. Petrokimia Gresik itu berkualitas.

2. METODOLOGI

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kadar N pada pupuk NPK Reaksi hasil produksi pabrik II PT. Petrokimia Gresik dengan menggunakan metode *in house* dan SNI-Inovasi yang berprinsip dasar metode *Kjeldahl*.

2.1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah spatula, neraca analitik, labu *kjeldahl*, alat destruksi, alat destilasi *vapodest*, erlenmeyer, buret, labu ukur 500 mL, dan pipet volume.

2.2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel produk pupuk NPK Reaksi, akuades, H₂SO₄ 98%, H₂SO₄ 0.5 N, H₂SO₄ 0.05 N, NaOH 0.25 N, H₃BO₃ 1%, indikator *mix acid*, indikator *conway*, dan indikator PP.

2.3. Cara Kerja

Tahap destruksi diawali dengan penimbangan sampel ±0.8 gram untuk metode *in house* dan ±0.5 gram untuk metode SNI-Inovasi, kemudian alat destruksi dipanaskan dan sampel dalam labu *kjeldahl* diberi sedikit akuades serta H₂SO₄ 98% sebanyak 25 mL. Tahap destruksi metode SNI-Inovasi dilanjutkan dengan pendinginan dan penambahan akuades hingga tera dalam labu ukur 500 mL, kemudian dihomogenkan dengan menggunakan *magnetic stirrer* dan diambil 25 mL menggunakan pipet volume dan dimasukkan kembali ke dalam labu *kjeldahl*. Proses dilanjutkan dengan pemberian indikator PP dalam labu *kjeldahl* pada kedua metode.

Tahap destilasi diawali dengan pembuatan penjerpas yaitu H₂SO₄ 0.5 N 25 mL dengan indikator *mix acid* dalam erlenmeyer pada metode *in house* dan H₃BO₃ 1% 25 mL dengan indikator *conway* dalam erlenmeyer untuk metode SNI-Inovasi. Sampel dalam labu *kjeldahl* dimasukkan ke dalam alat destilasi *vapodest* dan didestilasi hingga beberapa menit, sehingga dihasilkanlah destilat.

Tahap titrasi diawali dengan pembuatan titran yaitu NaOH 0.25 N untuk metode *in house* dan H₂SO₄ 0.05 N untuk metode SNI-Inovasi. Destilat yang dihasilkan kemudian dititrasi dengan masing-masing titran untuk diketahui konsentrasi nitrogen (%N) pada sampel pupuk NPK Reaksi. Persentase nitrogen dihitung dengan menggunakan rumus:

Metode *in house*

$$\%N = \frac{(\text{NH}_2\text{SO}_4 \times V_{\text{H}_2\text{SO}_4}) - (\text{NaOH} \times V_{\text{NaOH}}) \times 14 \times 100}{\text{bobot penimbangan}} \quad (1)$$

Metode SNI-Inovasi

$$\%N = \frac{V_p \times N_p \times A_r \times N_{KFP}}{\text{bobot sampel (mg)}} \times 100\% \quad (2)$$

Rangkaian alat tahapan metode *kjeldahl* ditunjukkan pada gambar 1:



Gambar 1. Rangkaian Alat Tahapan Metode *Kjeldahl*

Pengukuran kadar H₂O pada pupuk NPK Reaksi dilakukan dengan menggunakan metode *Karl Fischer Titration*. Titrasi akan berjalan setelah ditekan tombol start pada *Karl Fischer* dan akan berakhir otomatis jika telah mencapai titik akhir. Metode *Karl Fischer Titration* (KFT) menggunakan larutan hidranal yang memiliki kemampuan untuk menganalisis kadar H₂O dalam sampel yang berbentuk cairan maupun padatan (Farida dkk, 2000). Rangkaian alat *karl fischer* ditunjukkan pada gambar 2:



Gambar 2. Alat Karl Fischer

2.4. Pengujian Statistik

Analisa data secara statistik dilakukan dengan menggunakan uji kecukupan data, uji presisi dan akurasi data, serta uji T. Hal ini digunakan untuk mengetahui apakah suatu hipotesis dapat diterima atau tidak.

Hipotesis nol (H_0): Rerata hasil pengujian metode *in house* dan metode SNI-inovasi tidak berbeda nyata secara signifikan.

Hipotesis alternatif (H_1): Rerata hasil pengujian *in house* dan metode SNI-Inovasi berbeda nyata secara signifikan.

Uji Kecukupan Data

Data pengamatan dianggap cukup apabila $N' < N$.

$$N' = \left(\frac{K \sqrt{N \Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}}{\Sigma x} \right)^2 \quad (3)$$

Uji Presisi

Ketelitian yang baik adalah apabila nilai $\%RSD < 2/3 CV$ Horwitz.

$$\%RSD = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100\% \quad (4)$$

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \log c} \quad (5)$$

dengan:

$$c = \frac{\sigma}{100} = \text{fraksi kadar} \quad (6)$$

Uji Akurasi

Upper Warning Line (UWL) = $X + K.2\sigma$

Lower Warning Line (LWL) = $X - K.2\sigma$

dengan:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\Sigma(x - \bar{X})^2}{N-1}} \quad (7)$$

Data akan dianggap seragam apabila seluruh sampel data berada dalam cakupan range antara batas bawah (LWL) dan batas atas (UWL) (Tuning dan Samin, 2012).

Uji T

Jika $T_{hitung} < T_{tabel}$ maka H_0 diterima dan H_1 ditolak, dan jika $T_{hitung} > T_{tabel}$ maka H_0 ditolak dan H_1 diterima (Santos, 2018).

$$T_{hitung} = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{S_{gabungan} \left(\sqrt{\frac{1}{N_1} + \frac{1}{N_2}} \right)} \quad (8)$$

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Uji kadar H_2O dilakukan dengan menggunakan metode *Karl Fischer Titration*. Analisa kadar N dalam pupuk NPK Reaksi dihitung dalam bentuk ADBB (Atas Dasar Berat Basah) dan ADBK (Atas Dasar Berat Kering), dimana ADBK itu dihitung ketika sudah mendapatkan nilai kadar H_2O dengan menggunakan metode *Karl Fischer Titration*. Hasil uji kadar H_2O ditunjukkan pada tabel 1:

Tabel 1. Hasil Uji Kadar H_2O

Bobot Sampel (g)	Volume Penitrasi (mL)	Kadar H_2O (%)
0.2762	0.5580	1.36
0.3027	0.6050	0.88
0.3847	0.7580	0.87
0.1762	0.4340	1.06
0.1193	0.2790	1.01
0.1681	0.4970	1.28
0.1384	0.3890	1.21

Hasil kadar H_2O menunjukkan bahwa kadar H_2O dapat dikatakan sebagai nilai yang fluktuatif. Hal ini dikarenakan sampel yang digunakan bersifat hidrofilik, sehingga faktor penyimpanan sampel sangat berpengaruh (Dinas Pertanian, 2018).

Hasil Pengukuran Kadar N Pada Pupuk NPK Reaksi dengan Metode *in house* dan Metode SNI-Inovasi ditunjukkan pada tabel 2:

Tabel 2. Hasil Uji Kadar N pada Pupuk NPK Reaksi

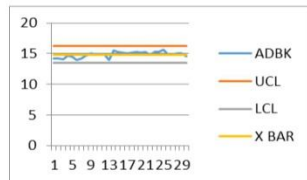
Metode <i>in house</i>		Metode SNI-Inovasi	
% (b/b)	% (b/b)	% (b/b)	% (b/b)
ADBB	ADBK	ADBB	ADBK
14.06663	14.26058	15.60067	15.73918
14.00406	14.19715	16.08388	16.22667
13.88195	14.07335	15.34091	15.4771
14.52764	14.72794	15.50804	15.64572
14.19448	14.39019	14.26099	14.3876
13.83936	14.03017	14.5774	14.70534
14.04385	14.23748	15.64865	15.78599
14.43978	14.63887	14.81558	14.94561
14.8858	15.09103	15.7017	15.8395
14.69531	14.89792	15.2383	15.37204
14.65442	14.85647	15.37936	15.54413
14.68709	14.88959	14.55167	14.71212
13.80675	15.48131	15.1047	15.26653
15.11789	15.32633	14.95768	15.11793
14.99217	15.19887	14.73526	14.8856
14.80727	15.01143	16.33744	16.50413
14.93707	15.14301	15.90493	16.06721
15.03819	15.24553	16.58187	16.75106
14.95425	15.16043	14.34894	14.49535
15.03705	15.24438	15.83051	16.03576
14.64044	14.8423	14.7066	14.89729
15.13155	15.34017	14.92209	15.11557
15.0349	15.24219	15.00397	15.19851
15.42391	15.63657	14.92904	15.12261
14.62406	14.82569	15.28518	15.4724
14.71886	14.92179	14.34672	14.52244
14.82769	15.03212	15.1401	15.70403
14.89851	15.10392	15.75835	15.95136
14.40903	14.60769	15.1386	15.32402
Rata-rata ADBK=	Rata-rata ADBK=		
14.8551%b/b	15.386%b/b		

Pengambilan data dalam penelitian ini adalah 30 kali pengulangan pada setiap metode. Uji kecukupan data yang digunakan dibuktikan dengan analisa secara statistik, dimana hasil perhitungan menunjukkan bahwa nilai $N' < N$ maka data yang telah diambil dianggap sudah cukup dan tidak perlu melakukan pengambilan data kembali.

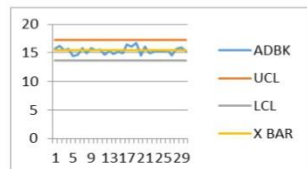
Uji presisi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kedekatan nilai pengulangan yang telah diperoleh, ketelitian yang baik adalah apabila nilai $\%RSD < \text{nilai } 2/3CV \text{ Horwitz}$ (Sumardi, 2001). Hasil perhitungan uji presisi kedua metode menunjukkan bahwa $\%RSD > \text{nilai } 2/3CV \text{ Horwitz}$ yaitu $3.04\%b/b > 0.883\%b/b$ dan $4\%b/b > 1.7667\%b/b$, hal ini dimungkinkan karena perolehan data pada kedua metode cenderung fluktuatif sehingga

tingkat presisinya rendah. Syarat keberterimaan presisi adalah nilai $\%RSD < \text{nilai } 2/3CV \text{ Horwitz}$ (Friscylya dkk, 2019), artinya presisi data yang telah didapatkan belum terpenuhi dan menunjukkan bahwa data tersebut memiliki ketelitian yang kurang baik.

Uji akurasi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui derajat kedekatan antar kadar hasil analisis sampel pada tiap pengulangan dengan rata-rata keseluruhan data (Hajar, 2020). Uji akurasi diperhitungkan dengan menggunakan *upper and lower warning levels* (WL) dan *upper and lower control levels* (CL). Hasil pengujian akurasi data dapat dilihat pada Gambar 3 dan 4:



Gambar 3. Grafik Kontrol Hasil Uji Akurasi pada Metode *in house*



Gambar 4. Grafik Kontrol Hasil Uji Akurasi pada Metode SNI-Inovasi

Gambar 3 dan 4 menunjukkan bahwa titik-titik data pada tiap pengulangannya tidak ada yang melewati batas WL maupun CL, artinya seluruh data yang didapatkan itu masuk pada rentang akurasi yang diperoleh. Hal yang demikian menandakan data yang didapatkan memiliki tingkat akurasi yang baik.

Uji T adalah uji signifikansi koefisien regresi untuk menunjukkan berpengaruh atau tidaknya satu variabel independen secara individual dalam menerangkan variabel dependen (Haslinda dan Muhammad, 2016). Penggambaran uji T yang dapat diambil adalah tolak H_0 jika $T_{hitung} \geq T_{tabel}$ dan tolak H_1 jika $T_{hitung} < T_{tabel}$ (Santoso, 2018). Hasil perhitungan

analisis uji T didapatkan nilai T_{hitung} sebesar 2.004 sedangkan T_{tabel} sebesar 2.042, hal ini menunjukkan bahwa H_1 ditolak dan H_0 diterima. Artinya, hasil pengujian metode *in house* dan SNI-Inovasi tidak berbeda nyata secara signifikan. Penelitian dikatakan berhasil dan suatu hipotesis dapat diterima yang berarti secara parsial variabel independen tidak berpengaruh signifikan terhadap variabel dependen.

Hasil uji T menunjukkan bahwa H_0 diterima, artinya metode SNI-Inovasi dapat direkomendasikan sebagai metode analisa dalam penetapan kadar nitrogen pada pupuk NPK Reaksi dengan syarat harus dilakukan uji lanjutan seperti uji validasi untuk mengetahui apakah metode SNI-Inovasi telah valid dan dapat digunakan di laboratorium II-B PT. Petrokimia Gresik.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Bapak Abizar Rahman Hadi selaku Pembimbing Lapangan Kerja Praktikum di Laboratorium Pabrik II-B, Departemen Proses dan Pengelolaan Energi, PT. Petrokimia Gresik.

4. KESIMPULAN

Rata-rata kadar nitrogen pada pupuk NPK Reaksi menggunakan metode *in house* dan SNI-Inovasi berturut-turut sebesar 14.8551%b/b dan 15.386%b/b. Pengolahan data menggunakan uji statistik hasil metode *in house* dan SNI-Inovasi tidak berbeda nyata secara signifikan sehingga metode SNI-inovasi dapat direkomendasikan sebagai metode analisa dalam penetapan kadar nitrogen pada pupuk NPK Reaksi di PT. Petrokimia Gresik.

DAFTAR PUSTAKA

- Dinas Pertanian (2018). 'Pupuk NPK Phonska, Fungsi Dan Manfaatnya Untuk Tanaman'. Available at: <https://bulelengkab.go.id/detail/artikel/pupuk-npk-phonska-fungsi-dan-manfaatnya-untuk-tanaman-13> (Accessed: 29 September 2020).
- Farida, N. Yudhi, Lilis, W., P. K. (2000) 'Studi Banding Penentuan Kadar H_2O Dalam Serbuk UO_2 Menggunakan Metode MEA (Moisture Evolution Analysis) Dan KFT (Karl Fischer Titration)', *Prosiding Presentasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir V P2TDBU & P2BGN*.
- Frisicylia, Koesnarpadi, S. and Panggabean, A. S. (2019). 'Verifikasi Metode Penentuan Timbal (Pb) Pada Pupuk NPK Menggunakan Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) Di PT Pupuk Kalimantan Timur', *Jurnal Kimia FMIPA UNMUL*, pp. 4-8.
- Hajar, I. (2020). 'Uji Perbandingan Metode In House Dengan Metode Inovasi Penetapan Kadar Fosfor P_2O_5 Total Pada Pupuk NPK Reaksi Secara Spektrofotometri Sinar Tampak di PT Petrokimia Gresik'. doi: 10.1017/CBO9781107415324.004.
- Haslinda and Muhammad, J. (2016) 'Pengaruh Perencanaan Anggaran Dan Evaluasi Anggaran Terhadap Kinerja Organisasi Dengan Standar Biaya Sebagai Variabel Moderating Pada Pemerintah Daerah Kabupaten Wajo', *Jurnal Ilmiah Akuntansi Peradaban*, 11(1), p. 10.
- Milis Y and Anjar PA (2019) 'Analisis Kadar Nitrogen Pada Pupuk Urea, Pupuk Cair Dan Pupuk Kompos Dengan Metode Kjeldahl', 1(1), pp. 28-34.
- PT Petrokimia Gresik (2019). 'Sejarah Perusahaan'. Available at: <https://petrokimia-gresik.com/page/sejarah-perusahaan>. (Accessed: 15 February 2020).
- Santoso, L. (2018) 'Analisis Pengaruh Price, Overall Satisfaction, Dan Trust Terhadap Intention to Return Pada Online Store Lazada', *Agora*, 6(1), p. 287262.
- Sumardi (2001). 'Validasi Metode Analisis'. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- Tuning, S. and Samin, S. (2012) 'Pengendalian Mutu Hasil Uji Unsur-Unsur Ca Dan Mg Dalam Air Tangki Reaktor Dengan Metode AAS', *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah - Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir*, pp. 184-189.
- Wahyu Tjahjaningsih, Anugraheny Widaratna Pratiwi, M. A. A. (2019) 'Pengaruh Kombinasi Pupuk NPK Dan TSP Terhadap Pertumbuhan, Kadar Air Dan Klorofil A *Gracilaria verrucosa*', *Jurnal Ilmiah Perikanan dan Kelautan*, 1(1), p. 103. doi: 10.20473/jipk.v1i1.11705.
- Wiyantoko, B., Kurniawati, P. and Purbaningtias, T. E. (2017). 'Pengujian Nitrogen Total, Kandungan Air Dan Cemaran Logam Timbal Pada Pupuk Anorganik NPK Padat', *JST (Jurnal Sains dan Teknologi)*, 6(1), pp. 51-60. doi: 10.23887/jst-undiksha.v6i1.9439.

Lampiran 2 Perhitungan Analisa

- Metode *in house*

Diketahui: $k= 2$ $\Sigma X^2= 6626.1$
 $N= 30$ $(\Sigma X)^2= 198605$
 $\alpha= 0.05$ $\Sigma X= 445.652$

$$N' = \left(\frac{k \sqrt{N \Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}}{S} \right)^2$$

$$= \left(\frac{2 \sqrt{(30 \times 6626.1) - 198605}}{0.05 \times 445.652} \right)^2$$

$$= 1.434 \approx 30 \text{ data}$$

- ADBK rata-rata = $\frac{445.652}{30} = 14.8551$

- $\sigma = \sqrt{\frac{5.926}{29}} = 0.452$

- UCL = $14.8551 + (3 \times 0.452) = 16.21124182$

- LCL = $14.8551 - (3 \times 0.452) = 13.49895818$

- %RSD = $\frac{0.452}{14.8551} \times 100\% = 3.04\%$

- %2/3CV Horwitz = $2^{1-0.5 \times \log^{0.148551}}$
 $= 0,883\%b/b$

- Metode SNI-Inovasi

Diketahui: $k= 2$ $\Sigma X^2 = 7112.3$
 $N= 30$ $(\Sigma X)^2= 213067$
 $\alpha= 0.05$ $\Sigma X= 461.59$

$$N' = \left(\frac{k \sqrt{N \Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}}{S} \right)^2$$

$$= \left(\frac{2 \sqrt{(30 \times 7112.3 - 213067)}}{0.05 \times 445.652} \right)^2$$

$$= 2.364 \approx 30 \text{ data}$$

- ADBK rata-rata = $\frac{461.59}{30} = 15.386$

- $\sigma = \sqrt{\frac{10.5}{29}} = 0.6017$
- $UCL = 15.386 + (3 \times 0.6017) = 17.191467771$
- $LCL = 15.386 - (3 \times 0.6017) = 13.581332229$
- $\%RSD = \frac{0.6017}{15.386} \times 100\% = 4\%$
- $\%2/3CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0.5 \times \log^{0.15386}}$
 $= 1,7667\%b/b$

- $S_{gabungan}$

Diketahui: $N_1=30$ $\sigma_1^2=0.452$
 $N_2=30$ $\sigma_2^2=0.6017$

$$S_{gabungan} = \sqrt{\frac{(N_1 - 1)\sigma_1^2 + (N_2 - 1)\sigma_2^2}{N_1 + N_2 - 2}}$$

$$= \sqrt{\frac{(30-1)(0.452) + (30-1)(0.6017)}{30+30-2}}$$

$$= 0.726$$

- Uji T

Diketahui: $N_1=30$ $\bar{X}_1=14.8551$
 $N_2=30$ $\bar{X}_2=15.386$
 $S_{gabungan} = 0.726$

$$T_{hitung} = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{S_{gabungan} \left(\sqrt{\frac{1}{N_1}} + \sqrt{\frac{1}{N_2}} \right)}$$

$$= \frac{14.8551 - 15.386}{0.726 \left(\sqrt{\frac{1}{30}} + \sqrt{\frac{1}{30}} \right)}$$

$$= -2.004166631$$