

**UJI ANALISIS KADAR SULFUR (S) PUPUK SP-36 PT  
PETROKIMIA MENGGUNAKAN METODE *IN HOUSE* DAN  
INOVASI**

**SKRIPSI**

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



**Oleh:**

**SALSA FITRANI**

**1708036018**

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

**UJI ANALISIS KADAR SULFUR (S) PUPUK SP-36 PT  
PETROKIMIA MENGGUNAKAN METODE *IN HOUSE* DAN  
INOVASI**

**SKRIPSI**

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

**Oleh:**

**SALSA FITRANI**

**1708036018**

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

## PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Salsa Fitriani

NIM : 1708036018

Jurusan : Kimia

Menyatakan bahwa skripsi yang berjudul:

**Uji Analisis Kadar Sulfur (S) Pupuk SP-36 PT Petrokimia  
Menggunakan Metode *In House* dan Inovasi**

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

Semarang, 2 Mei 2021

Pembuat Pernyataan,



**Salsa Fitriani**

NIM: 1708036018

## PENGESAHAN

Naskah skripsi berikut ini:

Judul : **Uji Analisis Kadar Sulfur (S) Pupuk SP-36 PT Petrokimia Menggunakan Metode *In House* dan Inovasi**

Nama : Salsa Fitriani

NIM : 1708036018

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, 10 Juni 2021

### DEWAN PENGUJI

Ketua Sidang



**Wirda Udaibah, M.Si.**

NIP. 198501042009122003

Sekretaris Sidang



**Ratih Rizqi Nirwana, S.Si., M.Pd.**

NIP. 198104142005012003

Penguji I



**Mulyatun, S.Pd., M.Si.**

NIP. 198305042011012008

Penguji II



**Es. Eng. Annisa Adiwena Putri, M.Sc.**

NIP. 198504052011012015

Pembimbing I



**Rais Nur-Latifah, M.Si.**

NIP. 199203042019032019

Pembimbing II



**Mutista Hafshah, M.Si.**

NIP. 199401022019032015



## NOTA DINAS

Semarang, 3 Mei 2021

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

*Assalamu'alaikum. wr. wb.*

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

Judul : **Uji Analisis Kadar Sulfur (S) Pupuk SP-36 PT Petrokimia Menggunakan Metode *In House* dan Inovasi**

Nama : Salsa Fitriani

NIM : 1708036018

Jurusan : Kimia

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

*Wassalamu'alaikum. wr. wb.*

Dosen Pembimbing I



Rais Nur Latifah, M.Si  
NIP. 199203042019032019

## NOTA DINAS

Semarang, 2 Mei 2021

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

*Assalamu'alaikum. wr. wb.*

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

Judul : **Uji Analisis Kadar Sulfur (S) Pupuk SP-36 PT Petrokimia Menggunakan Metode *In House* dan Inovasi**

Nama : Salsa Fitriani

NIM : 1708036018

Jurusan : Kimia

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

*Wassalamu'alaikum. wr. wb.*

Dosen Pembimbing II



Mutista Hafshah, M.Si  
NIP. 199401022019032015

## ABSTRAK

Pupuk menjadi komponen penting dalam peningkatan swasembada pangan yang diharapkan di Indonesia. Pupuk SP-36 hasil produksi PT Petrokimia Gresik yang memiliki kandungan sulfur dan fosfat. Uji sulfur pada penelitian ini, bertujuan untuk menentukan kadar sulfur (S) dalam pupuk SP-36 dengan metode *in house* dan metode inovasi. Perbedaan dari kedua metode tersebut yaitu dalam penggunaan  $\text{BaCl}_2$ , pada metode *in house* menggunakan  $\text{BaCl}_2$  serbuk sedangkan pada metode inovasi menggunakan  $\text{BaCl}_2$  *aqueous*. Penggunaan  $\text{BaCl}_2$  yang berbeda didasarkan pada pembentukan koloidnya. Penelitian ini menggunakan instrument spektrofotometer UV-Vis metode turbidimetri untuk menghitung kadar sulfur (S) pada pupuk SP-36. Uji validasi data yang diujikan diantaranya uji kecukupan data, uji akurasi data, uji presisi, dan uji T berpasangan. Hasil yang diperoleh dari penelitian bahwa nilai rata-rata kadar S pada pupuk SP-36 menggunakan metode *in house* sebesar 4,83%**b/b**, sedangkan nilai rata-rata kadar S pada pupuk SP-36 menggunakan metode inovasi yaitu 5,22%**b/b**. Hasil uji validasi data menunjukkan bahwa perbandingan kedua metode tidak berbeda nyata secara signifikan, sehingga metode inovasi dapat diusulkan sebagai metode analisis dan penetapan kadar sulfur pada pupuk SP-36 PT Petrokimia.

**Kata kunci:** metode *in house*, metode inovasi, pupuk SP-36, sulfur

## KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh*

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, karena berkat Rahmat, Inayah serta Karunia-Nya yang selalu dilimpahkan kepada seluruh hamba-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini sebagai syarat memperoleh gelar sarjana sains ilmu kimia UIN Walisongo Semarang. Shalawat serta salam, tidak lupa penulis haturkan kepada baginda Rasul Nabi Muhammad SAW yang membawa kaumnya dari jaman kegelapan hingga jaman terang-benderang.

Terima kasih penulis ucapkan pada kesempatan ini, kepada seluruh pihak atas segala bantuan dan bimbingan selama menyelesaikan skripsi ini. Ucapan terima kasih penulis haturkan terutama kepada:

1. Prof. Dr. H. Imam Taufiq, M.Ag. sebagai Rektor UIN Walisongo Semarang.
2. DR. H. Ismail, M.Ag. sebagai Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.
3. Hj. Malikhatul Hidayah, S.T., M.Pd. sebagai Ketua Program Studi Kimia dan seluruh staff Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.
4. Rais Nur Latifah, M.Si sebagai Dosen pembimbing I.



5. Mutista Hafshah, M.Si sebagai Dosen Pembimbing II.
6. Dr. KH. Fadlolan Musyaffa', Lc., MA. selaku pengasuh Pondok Pesantren Fadhlul Fadhlan Semarang yang selalu memberikan ridho dan dukungan kepada penulis sebagai santri dalam menyelesaikan skripsi ini.
7. Bapak, Ibu, Mamas dan Adik yang selalu memberikan dukungan dan do'a secara moral dan material.
8. Teman-teman Jurusan Kimia angkatan 2017 Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang yang selalu memberi dukungan dan motivasi kepada penulis.
9. Pihak-pihak lain yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu, yang telah memberikan bantuan selama penelitian ini sejak awal hingga penyusunan skripsi.

Penulis berharap semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca khususnya Mahasiswa Jurusan Kimia UIN Walisongo Semarang yang memerlukan informasi berkaitan dengan skripsi ini.

*Wassalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh*

Semarang, 2 Mei 2021

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
PERNYATAAN KEASLIAN.....	ii
PENGESAHAN.....	iii
NOTA DINAS.....	iii
ABSTRAK.....	v
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang.....	1
B. Rumusan Masalah.....	3
C. Tujuan Penelitian.....	4
D. Manfaat Penelitian.....	4
BAB II LANDASAN PUSTAKA.....	5
A. Landasan Teori.....	5
1. Pupuk SP-36.....	5
2. Belerang (S).....	7
3. Spektrofotometer UV-Visible.....	9
4. Analisis Kadar H <sub>2</sub> O.....	12
5. Metode <i>In House</i> .....	13

6. Metode Inovasi.....	14
7. Validasi Data .....	14
B. Kajian Pustaka .....	17
BAB III METODE PENELITIAN .....	20
A. Alat dan Bahan.....	20
B. Petunjuk Kerja .....	20
1. Uji Kadar Sulfur Menggunakan Metode <i>In House</i> ....	20
2. Uji Kadar Sulfur Menggunakan Metode Inovasi.....	22
3. Uji Kadar H <sub>2</sub> O dalam Pupuk SP-36 .....	23
4. Uji Validasi Data .....	23
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....	26
A. Hasil Penelitian.....	26
B. Pembahasan.....	28
BAB V SIMPULAN DAN SARAN.....	38
A. Simpulan .....	38
B. Saran .....	38
DAFTAR PUSTAKA.....	39
LAMPIRAN .....	42

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel</b>	<b>Judul</b>	<b>Halaman</b>
<b>Tabel 2.1</b>	Syarat Mutu Kandungan Unsur Pupuk SP-36	7
<b>Tabel 4.1</b>	Hasil Kadar H <sub>2</sub> O	26
<b>Tabel 4.2</b>	Pengukuran Kadar Sulfur Menggunakan Metode <i>In House</i> dan Inovasi	27
<b>Tabel 4.3</b>	Hasil Uji Kecukupan Data	32
<b>Tabel 4.4</b>	Hasil Uji T	37

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar</b>	<b>Judul</b>	<b>Halaman</b>
<b>Gambar 2.1</b>	Pupuk SP-36	5
<b>Gambar 4.1</b>	Hasil Pengujian Akurasi Data Menggunakan Metode <i>In House</i>	33
<b>Gambar 4.2</b>	Hasil Pengujian Akurasi Data Menggunakan Metode inovasi	34

## DAFTAR LAMPIRAN

	<b>Halaman</b>
<b>Lampiran 1</b> Analisis Perhitungan	42
<b>Lampiran 2</b> Artikel Ilmiah	45
<b>Lampiran 3</b> Dokumentasi Pengambilan Data	52

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **A. Latar Belakang**

Pertumbuhan penduduk yang semakin meningkat setiap tahunnya menyebabkan peningkatan kebutuhan sumber pangan masyarakat, baik di desa atau di kota. Selain lahan pertanian, petani juga memiliki peran penting untuk terus mengkaji, memperbaiki dan meningkatkan sumber pangan yang dibutuhkan masyarakat. Para petani berasumsi bahwa pupuk merupakan unsur penting dalam upaya budidaya pertanian. Pupuk sangat berperan penting dalam pertumbuhan tanaman dan pemeliharaan tanaman agar menghasilkan produk pertanian yang diharapkan.

Tanaman memerlukan faktor-faktor optimum agar mencapai hasil produksi sesuai harapan, diantaranya ketersediaan unsur hara di dalam tanah. Unsur hara yang ada di dalam tanah dapat dipengaruhi oleh unsur pembentuk tanah, misalnya bahan organik, air, udara dan bahan induk. Penting dalam melakukan pemberian pupuk untuk memenuhi kebutuhan tanah apabila tanah tidak memiliki kandungan hara yang cukup bagi tanaman (Mulyanto, 2013).

Sulfur merupakan salah satu unsur hara esensial yang dibutuhkan tanaman dalam upaya peningkatan hasil tanaman. Sulfur diserap sebagai ion sulfat dan mengalami reduksi di dalam tanaman membentuk gugusan sulfhidril (Mashtura et al., 2013). Pupuk sulfur dapat membantu memenuhi kebutuhan sulfur pada tanaman. Salah satu pupuk sulfur yaitu pupuk SP-36 yang diproduksi PT Petrokimia. Pupuk SP-36 memiliki ciri-ciri berbentuk butiran, berwarna abu-abu, dan tidak higroskopis. Kadar sulfur yang terkandung dalam pupuk SP-36 sebesar 5% (Petrokimia, 2020).

Pengujian kualitas pupuk hasil produksi PT Petrokimia dengan metode *in house* mengacu pada Standar Nasional Indonesia (SNI) dan *American Society for Testing and Material* (ASTM) yang telah dimodifikasi dan divalidasi. Metode inovasi adalah metode modifikasi dari metode *in house*, harapannya dapat dijadikan sebagai alternatif pengganti metode *in house* dengan efisiensi waktu dan biaya dalam proses analisis (Hajar, 2020).

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar S dalam sampel pupuk SP-36 produksi PT Petrokimia Gresik dengan metode *in house* dan inovasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Perbedaan



kedua metode tersebut adalah penggunaan  $\text{BaCl}_2$  serbuk pada metode *in house* sedangkan pada metode inovasi menggunakan  $\text{BaCl}_2$  *aqueous* 0,2%. Inovasi ini diacu pada pernyataan bahwa ukuran partikel dapat mempengaruhi kecepatan kelarutan, semakin kecil ukuran partikelnya maka kelarutannya semakin cepat (Sinila, 2016). Kedua metode tersebut akan dibandingkan mana yang akan lebih cepat menghasilkan koloid, karena seringkali  $\text{BaCl}_2$  serbuk membentuk gumpalan di dalam larutan dan pengambilan dengan ukuran satu takar spatula masing-masing orang berbeda sehingga saat dilakukan pembacaan oleh spektrofotometer UV-Vis tidak sempurna hasil pembacaannya, sedangkan  $\text{BaCl}_2$  *aqueous* akan lebih cepat membentuk koloid sehingga pengerjaannya dan pembacaan melalui spektrofotometer UV-Vis akan lebih sempurna daripada metode *in house* yang menggunakan  $\text{BaCl}_2$  serbuk.

## **B. Rumusan Masalah**

1. Berapa kadar sulfur (S) pada pupuk SP-36 berdasarkan metode *in house* dan metode inovasi?
2. Bagaimana signifikansi antara metode *in house* dan metode inovasi?

### **C. Tujuan Penelitian**

1. Untuk mengetahui jumlah kadar sulfur pada pupuk SP-36 berdasarkan metode *in house* dan metode inovasi.
2. Untuk mengetahui apakah metode inovasi dapat digunakan sebagai pengganti metode *in house*

### **D. Manfaat Penelitian**

1. Memberikan informasi pengayakan metode analisis kadar sulfur pada pupuk SP-36.
2. Memberikan metode alternatif untuk analisis kadar sulfur pupuk SP-36.

## BAB II

### LANDASAN PUSTAKA

#### A. Landasan Teori

##### 1. Pupuk SP-36



Gambar 2.1 Pupuk SP-36

Pupuk SP-36 (Super Fosfat) adalah pilihan terbaik untuk memenuhi kebutuhan tanah dan tanaman terhadap unsur hara P, karena beberapa keunggulan diantaranya memiliki kandungan hara P dalam bentuk  $P_2O_5$  total yang cukup tinggi minimal sebesar 36%, kadar  $P_2O_5$  yang larut dalam asam sitrat minimal sebesar 34%, kadar  $P_2O_5$  yang larut dalam udara minimal sebesar 30%, kadar udara maksimal 5% dan kadar asam bebas sebagai  $H_3PO_4$  maksimal 6%. Kandungan unsur hara P

yang terdapat dalam pupuk SP-36n hampir seluruhnya larut dalam air, tidak mempengaruhi keasaman tanah karena bersifat netral, tidak mudah menyerap air, dapat dicampur dengan pupuk Urea atau pupuk ZA dalam penggunaannya (Petrokimia, 2020).

Pupuk SP-36 memiliki ciri berbentuk butiran, berwarna abu-abu, dan tidak higroskopis. Kandungan unsur hara P dalam pupuk SP-36 dapat memacu pertumbuhan akar yang baik, memacu pertumbuhan bunga dan masaknya buah atau biji, mempercepat panen, memperbesar prosentase terbentuknya bunga menjadi buah atau biji, menambah daya tahan tanaman terhadap gangguan hama, penyakit dan kekeringan. Produksi pupuk SP-36 ini mengacu pada Standar Nasional Indonesia (SNI) No 02-3769-2005 (Petrokimia, 2020). Adapun syarat mutu kandungan unsur pupuk SP-36 berdasarkan SNI No 02-3769-2005 yang ditunjukkan pada **Tabel 2.1**

Tabel 2.1 Syarat Mutu Kandungan Unsur Pupuk SP-36

No.	Uraian	Satuan	Persyaratan
1.	Kadar unsur hara fosfor sebagai P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> - P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> total - P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> larut dalam asam sitrat 2% - P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> larut dalam air	% % %	min. 36 min. 34 min. 30
2.	Kadar belerang (S)	%	min. 5
3.	Kadar asam bebas (sebagai H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> )	%	maks. 6
4.	Kadar air	%	maks. 5
<b>CATATAN</b> Semua persyaratan kecuali kadar air dihitung atas dasar bahan kering (ADBK)			

*Berdasarkan SNI 02-3769-2005 (BSN, 2005)*

## 2. Belerang (S)

Belerang adalah salah satu unsur hara makro yang peranannya sangat penting bagi tanaman sekunder. Belerang dibutuhkan tanaman, namun dalam jumlah yang lebih sedikit dibandingkan unsur hara lain seperti unsur nitrogen (N), fosfor (P), dan kalium (K) (Andri, 2018). Danapriatna (2008) mengungkapkan bahwa belerang merupakan unsur hara penting yang dibutuhkan tanaman untuk memproduksi klorofil dan menyusun protein. Peranan belerang untuk

meningkatkan hasil tanaman melalui tiga cara yang berbeda, diantaranya:

- a. Memberikan hara secara langsung kepada tanaman
- b. Memberikan hara secara tidak langsung kepada tanaman dengan fungsi sebagai bahan tambahan dan perbaikan tanah.
- c. Meningkatkan efisiensi penggunaan unsur hara tanaman sensul lainnya

Kandungan belerang dalam tanah berkisar 1000 mg S kg<sup>-1</sup> tanah (0,1%). Tanah salin dan tanah sulfat masam merupakan tanah yang bermasalah dengan kandungan belerang yang tinggi. Belerang ada yang berbentuk belerang organik dan belerang anorganik. Belerang organik merupakan bentuk belerang yang banyak ditemukan dalam tanah. Penambahan sulfur dari bahan organik seperti udara, pupuk, air irigasi dan pestisida dapat mempengaruhi kadar belerang dalam tanah (Yudono et al., 2018).

Belerang diserap tanaman melalui akar, manfaat dari unsur belerang yaitu pembentukan asam amino, pembentukan bintil akar tanaman, pembentukan klorofil, pertumbuhan tunas, meningkatkan kandungan jamur, membentuk

senyawa minyak yang menghasilkan aroma dan berfungsi sebagai aktivator enzim untuk membentk papain. Tanaman kekurangan unsur belerang akan menyebabkan tanaman berdaun pucat hingga berwarna kuning, pertumbuhan dan perkembangannya lambat sehingga tanaman tumbuh kurus dan kerdil. Kelebihan unsur belerang menyebabkan nilai pH apada tanaman terlalu asam sehingga daun mudah rontok (Lingga & Marsono, 2013).

Belerang adalah unsur hara makro yang penting dan dibutuhkan tanaman sehingga penting untuk dilakukan analisis belerang dalam pupuk organik, karena peran sulfur yang berfungsi sebagai penghasil sulfat. Belerang diserap oleh tanaman dalam bentuk sulfat ( $SO_4^{2-}$ ) dan bentuk gas  $SO_2$ , kedua bentuk sulfur tersebut diperoleh dari kandungan yang terdapat dalam pupuk organik pada (Yudono et al., 2018).

### **3. Spektrofotometer UV-Visible**

Spektrofotometer UV-Vis digunakan dalam pengukuran secara kuantitatif berdasarkan nilai absorbansi yang dihasilkan spektrum dengan adanya senyawa pengompleks sesuai dengan unsur analisisnya. Pengukuran spektrofotometer

UV-Vis mengacu pada hukum Lambert-Beer. Prinsip kerja dari spektrofotometer UV-Vis yaitu apabila sinar monokromatis melalui suatu media (sampel), maka sebagian cahaya akan diserap, sebagian akan dipantulkan dan sebagian lagi akan dipancarkan (Yanlinastuti & Fatimah, 2016).

Umumnya, spektrofotometer UV-Vis terdapat dua tipe instrumen, diantaranya:

- a. *Single-beam instrument*, digunakan untuk analisis kuantitatif dengan mengukur absorbansi dari panjang gelombang tunggal. Keuntungan dari tipe ini yaitu harganya terjangkau relatif murah dan sederhana. Beberapa instrumen tipe ini digunakan untuk pengukuran sinar tampak dan sinar ultra violet. panjang gelombang paling rendah adalah 190 sampai 210 nm, dan panjang gelombang paling tinggi yaitu 800 sampai 1000 nm.
- b. *Double-beam instrument*, memiliki dua sinar yang dibentuk oleh potongan cermin yang berbentuk V disebut dengan pemecah sinar, dimana sinar pertama akan melewati larutan blanko dan sinar kedua secara



serentak akan melewati sampel. Panjang gelombang 190 sampai 750 nm.

Spektrofotometer UV-Vis digunakan dalam penentuan sampel yang berupa gas, uap atau larutan, dimana sampel harus diubah menjadi larutan yang jernih. Beberapa persyaratan pelarut yang digunakan untuk sampel yang berupa larutan:

- a. Sampel harus dilarutkan dengan sempurna
- b. Pelarut yang digunakan tidak berwarna dan tidak mengandung ikatan rangkap terkonjugasi pada struktur molekulnya
- c. Tinggi kemurniannya
- d. Tidak terjadi interaksi dengan molekul senyawa yang dianalisis (Suharti, 2017).

Syarat berlakunya hukum Lambert-Beer dibagi menjadi 4, diantaranya:

- a. Syarat konsentrasi, konsentrasi yang digunakan harus rendah.
- b. Syarat kimia, zat pengadsorpsi tidak terdisosiasi, stabil dan tidak dapat bereaksi dengan pelarut yang digunakan.
- c. Syarat cahaya, harus berupa cahaya monokromatis.
- d. Syarat kejernihan, larutan yang digunakan harus jernih, tidak terdapat partikel koloid

karena ketika dibaca, sebagian cahaya akan dihamburkan oleh partikel koloid sehingga kekuatan cahaya akan berkurang (Permanasari et al., 2016).

Sampel yang digunakan pada penelitian ini terjadi penyimpangan pada syarat kejernihan, karena reaksi yang terjadi menghasilkan sampel yang tersuspensi koloid, dengan adanya koloid menyebabkan sebagian cahaya dihamburkan oleh partikel-partikel koloid. Penelitian ini mengacu pada prinsip kerja metode turbidimetri (kekeruhan) dan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV Vis. Turbidimetri adalah analisis kuantitatif berdasarkan pengukuran hamburan cahaya dari suatu larutan yang disebabkan oleh partikel-partikel koloid. Apabila spektrofotometer mengukur sinar yang diteruskan maka turbidimetri mengukur sinar yang dibelokkan (Wildani, 2016).

#### **4. Analisis Kadar H<sub>2</sub>O**

Analisis kadar H<sub>2</sub>O dapat ditentukan dengan berbagai metode, diantara metode pengeringan (thermogravimetri), metode destilasi (thermovolumetri), metode kimiawi dan metode fisis (*Karl Fischer Method*). Penentuan kadar air

pada pupuk dilakukan metode pengeringan dengan mengeringkan sampel dalam oven suhu 105-110°C selama 3 jam atau sampai memperoleh hasil yang konstan. Ada beberapa faktor yang mempengaruhi akurasi penentuan kadar air bahan, diantaranya suhu kelembaban laboratorium, suhu dan tekanan ruang oven, ukuran dan struktur partikel sampel, serta bentuk wadah atau botol timbang (Daud et al., 2019).

## 5. Metode *In House*

Metode *in house* merupakan metode rutin yang diaplikasikan di PT Petrokimia Gresik, mengacu pada Standar Nasional Indonesia (SNI) dan *American Society for Testing and Material* (ASTM) yang telah dimodifikasi dan divalidasi. Metode uji sulfur ini mengacu pada SNI 6989.20:2009 mengenai cara uji sulfat ( $SO_4^{2-}$ ) secara turbidimetri. Prinsip kerja dari uji sulfat tersebut yaitu ion sulfat dalam keadaan asam bereaksi dengan barium klorida ( $BaCl_2$ ) sehingga membentuk kristal barium sulfat ( $BaSO_4$ ) yang serba sama. Sinar yang diserap oleh barium sulfat dibaca oleh fotometer sedangkan kadar sulfat dibandingkan dengan kurva kalibrasi (BSN, 2019).  $BaCl_2$  yang digunakan pada metode ini dalam

keadaan serbuk. Kelemahan penggunaan  $\text{BaCl}_2$  dalam bentuk serbuk ini terkadang tidak terlarut sempurna, selain itu ukuran penggunaan sebanyak satu sendok takar kristal  $\text{BaCl}_2$  yang pengambilan setiap orang berbeda-beda.

## 6. Metode Inovasi

Metode inovasi adalah metode yang dikembangkan dari metode *in house* atau metode rutin sebelumnya dalam rangka meningkatkan efisiensi waktu dan efektivitas dalam proses analisis. Prinsip yang digunakan pada metode inovasi ini mengacu pada metode *in house* yaitu pengujian ion sulfat dalam air dengan metode turbidimetri.  $\text{BaCl}_2$  *aqueous* menjadi inovasi atau pembeda dalam metode ini, karena permasalahan pembacaan kadar sulfat yang kurang sempurna. Harapannya dalam penggunaan  $\text{BaCl}_2$  *aqueous* yaitu takaran yang diberikan akan lebih merata ke setiap sampel, mempercepat terbentuknya suspensi koloid dan meningkatkan pembacaan kadar sulfat yang sempurna sehingga data yang dihasilkan merata atau tidak fluktuatif.

## 7. Validasi Data

Validasi data yaitu konfirmasi suatu data melalui pengujian dengan syarat-syarat tertentu

untuk memvalidasi data yang diperoleh (Utami, 2017). Adapun pengujian validasi data pada penelitian ini, diantaranya:

- a. Uji kecukupan data digunakan untuk menentukan jumlah sampel yang diambil sudah memenuhi data yang ideal atau untuk dilanjutkan ke proses pengolahan data berikutnya. Persamaan matematisnya sebagai berikut:

$$N' = \left( \frac{K \sqrt{N \Sigma X^2 - (\Sigma X)^2}}{S \Sigma X} \right)^2 \quad (2.1)$$

Keterangan:

$N'$  = jumlah pengamatan yang harus dilakukan

$K$  = selang kepercayaan dalam pengamatan

$k=2, 1-\alpha = 95\%$

$S$  = derajat ketelitian dari pengamatan (5%)

$N$  = jumlah data yang didapatkan

$X$  = data pengamatan

Data pengamatan dianggap cukup apabila  $N' < N$  (Awalia & Fitriani, 2020).

- b. Uji akurasi data digunakan untuk menentukan seberapa dekat rentang sampel dengan nilai yang digunakan.

Upper Control Line (UCL) =  $X+3\sigma$

Lower Control Line (LCL) =  $X-3\sigma$

Dengan persamaan matematisnya:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{N-1}} \quad (2.2)$$

Keterangan:

$\sigma$  = simpangan baku

$\bar{X}$  = rata-rata data

Data akan dianggap akurasi (berdekatan) apabila seluruh sampel terletak diantara rentang batas atas (UCL) dan rentang batas bawah (LCL) (Tuning S & Samin, 2012).

- c. Uji presisi digunakan untuk mengukur ketelitian data atau kedekatan antar nilai hasil pengukuran, dengan persamaan rumus:

$$\%RSD = \frac{\sigma}{\bar{X}} \times 100\% \quad (2.3)$$

Ketelitian juga dapat diukur dengan persamaan rumus:

$$\%CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \log c} \quad (2.4)$$

Dengan:

$$c = \frac{\sigma}{100} = \text{fraksi kadar} \quad (2.5)$$

Ketelitian yang baik apabila nilai  $\%RSD < 2/3CV$  Horwitz (Ambarwati et al., 2013).

Analisis data secara analitik untuk menghitung

$S_{gabungan}$  dengan persamaan rumus:

$$S_{gab} = \sqrt{\frac{(N_1-1)\sigma_1^2 + (N_2-1)\sigma_2^2}{N_1+N_2-2}} \quad (2.6)$$

Selanjutnya, untuk mengetahui apakah data diterima atau ditolak dapat dihitung menggunakan rumus berikut:

$$T_{hitung} = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{s_{gabungan} \left( \sqrt{\frac{1}{N_1}} + \sqrt{\frac{1}{N_2}} \right)} \quad (2.7)$$

Data ditolak jika jika  $T_{hitung} > T_{tabel}$  dan jika  $T_{hitung}$  mempunyai nilai negatif data akan diterima artinya  $T_{hitung} < T_{tabel}$  (Lubis, 2016).

## B. Kajian Pustaka

Andri (2018), mengungkapkan dalam penelitiannya tentang “Validasi Metode Penentuan Kadar Sulfur dalam Pupuk Organik Secara Spektrofotometri UV-Visibel di Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta” bahwa kandungan unsur hara sulfur dapat ditentukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis, karena metode tersebut dapat menganalisis senyawa yang memiliki koloid. Metode yang dilakukan terhadap sampel tidak baku sehingga metode harus dipastikan dengan validasi metode.

Penelitian lain oleh Artiningsih, Widodo and Firmansyah (2015), mengungkapkan dalam penelitian “Studi Penentuan Kandungan Sulfur (*Sulphur Analysis*) dalam Batubara pada PT Geoservices Samarinda

Kalimantan Timur” bahwa lima sampel yang telah diteliti memiliki rerata kandungan kadar sulfur 1,34% dinyatakan tidak layak untuk digunakan dalam bidang industri pabrik semen. Hal ini karena parameter yang dibutuhkan maksimal 0,80%, begitu juga penggunaannya dalam industri PLTU karena total kadar sulfur melebihi parameter kebutuhan maksimal 0,40%.

Penelitian tentang analisis kadar sulfur yang lain oleh Bernius *et al.* (2014) dalam penelitiannya tentang “*Determination of Total Sulfur in Fertilizers by High Temperature Combustion: Single-Laboratory Validation*” mengungkapkan bahwa metode cepat dalam penentuan gabungan S dan pupuk sulfat menggunakan pembakaran suhu tinggi dengan adsorpsi atau kolom desorpsi divalidasi sesuai untuk tujuan yang ditentukan. Metode cepat ini terbukti akurat pada konsentrasi 1% S. Metode cepat terbukti dapat diterima, hemat waktu dan sumber daya yang memungkinkan analisis sebanyak 50 sampel/ 8 jam dengan kurva kalibrasi tunggal.

Penelitian analisis kadar sulfur lain oleh Utami (2017) dalam penelitiannya tentang “*Verifikasi Metode Pengujian Sulfat Dalam Air dan Air Limbah Sesuai SNI 6989.20 : 2009*” bahwa penelitian ini menguji sampel



berdasarkan kekeruhan sampel, dengan prinsip dari penelitian ini adalah Barium Chlorida ( $\text{BaCl}_2$ ) bereaksi dengan ion sulfat dalam keadaan asam kemudian membentuk kristal  $\text{BaSO}_4$ . Sinar yang diserap oleh suspensi barium sulfat diukur oleh fotometer sedangkan kadar sulfur diukur dengan kurva kalibrasi.

Penelitian ini mengusulkan metode alternatif dalam menguji kadar sulfur pada pupuk SP-36. Metode *in house* akan dibandingkan dengan metode inovasi sebagai metode alternatif, harapannya hasil dari perbandingan kedua metode tidak berbeda signifikan, artinya metode yang diusulkan juga dapat diusulkan sebagai metode analisis rutin dalam uji kadar sulfur pada pupuk SP-36.

Kelebihan metode inovasi yang diusulkan yaitu penggunaan  $\text{BaCl}_2$  dalam bentuk larutan. Kecepatan kelarutan suatu zat dapat dipengaruhi oleh ukuran partikel. Penurunan ukuran partikel dapat meningkatkan luas permukaan suatu bahan sehingga dapat mempercepat proses larutnya suatu bahan (Sinila, 2016).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 1800 dan alat penunjang lainnya yaitu gelas piala, labu ukur 100 mL, labu ukur 500 mL, spatula, corong, kertas saring whatman, gelas arloji, pipet volume 5 mL, neraca analitik, hotplate, *magnetic stirrer*.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel produk SP-36 dari PT Petrokimia Gresik, bahan lainnya yaitu  $\text{BaCl}_2$  p.a serbuk, HCl p.a, salt acid (NaCl-HCl 0,2%), standar  $\text{SO}_4^{2-}$  1000 ppm.

#### **B. Petunjuk Kerja**

##### **1. Uji Kadar Sulfur Menggunakan Metode *In House***

Preparasi awal yaitu pembuatan larutan sampel. Sampel produk pupuk SP-36 dihaluskan menggunakan lumping dan alu. Sampel yang sudah halus, ditimbang sebanyak  $\pm 0,5$  g dan dimasukkan ke dalam gelas beaker, dilarutkan dengan sedikit aquades dan ditambahkan 15 mL HCl p.a. larutan sampel didestruksi menggunakan hotplate. Larutan sampel dipindahkan ke labu ukur 500 mL,

ditambahkan aquades dan ditera. Larutan sampel dihomogenkan dengan *magnetic stirrer*. Larutan sampel disaring dan diambil 5 mL, kemudian dipindahkan ke labu ukur 100 mL, ditambahkan suppressor salt acid 15 mL, 1 spatula  $\text{BaCl}_2$ , ditera dengan aquades dan dihomogenkan. Larutan sampel dibaca menggunakan spektrofotometer UV-Vis Shimadzu UV 1800 pada panjang gelombang 425 nm.

Langkah selanjutnya pembuatan larutan blanko, Aquades dituang sedikit ke dalam labu ukur 100 mL ditambahkan suppressor salt acid 15 mL dan 1 spatula  $\text{BaCl}_2$ , kemudian ditera dengan aquades hingga batas dan dihomogenkan.

Langkah berikutnya pembuatan larutan standar  $\text{SO}_4$  5 ppm. Standar  $\text{SO}_4^{2-}$  1000 ppm diambil sebanyak 1 mL ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditera (menjadi larutan standar 10 ppm). Kemudian larutan standar 10 ppm diambil sebanyak 50 mL ke dalam labu ukur 100 mL. standar ditambahkan suppressor salt acid 15 mL dan 1 spatula  $\text{BaCl}_2$ , ditera dengan aquades dan dihomogenkan. Selanjutnya larutan standar dibaca dengan spektrofotometer UV Vis Shimadzu 1800 pada panjang gelombang 425 nm.

Pengulangan data dilakukan sebanyak 30 kali dan pengolahan data menggunakan software Microsoft Excel 2013.

## **2. Uji Kadar Sulfur Menggunakan Metode Inovasi**

Preparasi awal yaitu pembuatan larutan sampel. Sampel produk SP-36 dihaluskan menggunakan lumping dan alu. Sampel yang sudah halus, ditimbang sebanyak  $\pm 0,8$  g dan dimasukkan ke dalam gelas beaker, dilarutkan dengan sedikit aquades dan ditambahkan 15 mL HCl p.a. larutan sampel didestruksi menggunakan hotplate. Larutan sampel dipindahkan ke dalam labu ukur 500 mL, ditambahkan aquades dan ditera. Larutan sampel dihomogenkan dengan *magnetic stirrer*. Larutan sampel disaring dan diambil 10 mL kemudian dipindahkan ke labu ukur 100 mL, ditambahkan salt acid 15 mL, 20 mL BaCl<sub>2</sub> 0,2%, ditera dengan aquades dan dihomogenkan. Sampel dibaca menggunakan UV Vis Shimadzu 1800 pada panjang gelombang 425 nm.

Langkah selanjutnya adalah pembuatan larutan sampel. Aquades dituang sedikit ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan suppressor salt acid 15 mL dan 20 mL BaCl<sub>2</sub> 0,2%. Selanjutnya ditera dengan aquades sampai batas dan dihomogenkan.

Langkah berikutnya yaitu pembuatan larutan standar  $SO_4^{2-}$  50 ppm. Standar  $SO_4^{2-}$  1000 ppm diambil sebanyak 5 mL ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditera. Standar ditambahkan suppressor salt acid 15 mL dan 20 mL  $BaCl_2$  0,2%, ditera dengan aquades dan dihomogenkan. Kemudian, larutan standar dibaca dengan spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 1800 pada panjang gelombang 425 nm.

Pengulangan data dilakukan sebanyak 30 kali dan pengolahan data menggunakan software Microsoft Excel 2013.

### **3. Uji Kadar $H_2O$ dalam Pupuk SP-36**

Cawan dibersihkan kemudian ditimbang beserta tutupnya ( $W_0$ ). Sampel pupuk SP-36 dimasukkan ke dalam cawan sebanyak  $\pm 2,0$  g ( $W_1$ ). Cawan yang telah berisi sampel dipanaskan dalam oven dengan suhu  $105^\circ C$ . Ditunggu selama 30 menit setelah itu didinginkan. Ditimbang cawan berisi sampel yang telah di oven ( $W_2$ ). Pengambilan data dilakukan sekali setiap melakukan uji.

### **4. Uji Validasi Data**

Data yang telah didapat selanjutnya dihitung kadar S dari masing-masing metode, dengan persamaan matematikanya:

$$\% S = \frac{\frac{Mr S}{Mr SO_4} \times \frac{Abs Sampel}{Abs Standar} \times VLT \times FP \times C standar}{Bobot} \times 100\% \quad (3.1)$$

Setelah didapat kadar S dari hasil perhitungan, langkah selanjutnya ditentukan analisis data secara statistik, diantaranya dengan uji kecukupan data, uji presisi, uji akurasi dan uji T berpasangan. Analisis data ini bertujuan untuk mengetahui diterima atau tidaknya suatu hipotesis, dimana:

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

Hipotesis alternatif ( $H_1$ ): Rerata hasil pengujian *in house* dan metode inovasi berbeda nyata secara signifikan.

a. Uji Kecukupan data

$$N' = \left( \frac{K \sqrt{N \Sigma X^2 - (\Sigma X)^2}}{S \Sigma X} \right)^2 \quad (3.2)$$

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

b. Uji Akurasi Data

Upper Control Line (UCL) =  $X + 3\sigma$

Lower Control Line (LCL) =  $X - 3\sigma$

Dengan persamaan matematikanya:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum(X-\bar{X})^2}{N-1}} \quad (3.3)$$

Data akan dianggap akurasi (berdekatan) apabila seluruh sampel terletak diantara rentang batas atas (UCL) dan rentang batas bawah (LCL).

c. Uji Presisi

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

Ketelitian juga dapat diukur dengan persamaan rumus:

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

Dengan:

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

Ketelitian yang baik apabila nilai  $\%RSD < 2/3CV \text{ Horwitz}$

d. Uji T

$$T_{hitung} = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{S_{gabungan} \left( \sqrt{\frac{1}{N_1} + \frac{1}{N_2}} \right)} \quad (3.7)$$

Data ditolak jika jika  $T_{hitung} > T_{tabel}$  dan jika  $T_{hitung}$  mempunyai nilai negatif data akan diterima artinya  $T_{hitung} < T_{tabel}$ .

## BAB IV

### HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar sulfur pada pupuk SP-36 hasil produksi PT Petrokimia. Pengukuran kadar sulfur ini menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis dengan membandingkan dua metode, yaitu metode *in house* dan metode inovasi. Validasi data pada penentuan kadar sulfur dalam pupuk SP-36 dengan parameter uji kecukupan data, uji akurasi data, uji presisi, dan uji T berpasangan.

#### A. Hasil Penelitian

Hasil pengukuran sulfur pada pupuk SP-36 dihitung dalam dua bentuk Atas Dasar Berat Basah (ADBB) dan Atas Dasar Berat Kering (ADBK) dengan pengulangan sebanyak 30 kali pada masing-masing metode (metode *in house* dan inovasi). Perhitungan ADBK setelah mendapatkan nilai kadar air (H<sub>2</sub>O) menggunakan metode gravimetri. Hasil pengujian kadar H<sub>2</sub>O dalam bentuk ADBK ditunjukkan pada **Tabel 4.1**.

Tabel 4.1 Hasil Kadar H<sub>2</sub>O

Ulangan ke-	W <sub>0</sub> (g)	W <sub>1</sub> (g)	W <sub>2</sub> (g)	Kadar H <sub>2</sub> O (%)
1	57,3034	59,3085	59,2345	3,69
2	55,0526	57,0780	56,9487	3,92
3	57,3145	59,3262	59,2472	3,93
4	57,3017	59,2356	59,3093	3,67



5	57,2971	59,3140	59,2384	3,75
6	57,3004	59,3066	59,2305	3,79
7	57,2976	59,3005	59,2483	2,61

Keterangan: W0= massa cawan dan tutup  
W1= massa cawan, tutup dan sampel sebelum dioven  
W2= massa cawan, tutup dan sampel sesudah dioven

Nilai kadar H<sub>2</sub>O pada **Tabel 4.1** menghasilkan data yang fluktuatif, maka hasil kadar sulfur pada pupuk SP-36 juga akan membentuk data yang fluktuatif (Hajar, 2020), hal ini dapat ditunjukkan pada **Tabel 4.2** tentang hasil pengukuran kadar sulfur pada pupuk SP-36 dengan metode *in house* dan metode inovasi berupa ADBB dan ADBK dengan pengulangan masing-masing 30 data.

Tabel 4.2 Pengukuran Kadar Sulfur Menggunakan Metode *In House* dan Metode Inovasi

Data Ke-	Metode <i>In House</i>		Metode Inovasi	
	% (b/b) ADBB	% (b/b) ADBK	% (b/b) ADBB	% (b/b) ADBK
1	5,616463	5,831651	5,848276	6,086882
2	5,513121	5,72435	4,636741	4,825916
3	5,737103	5,956913	4,574042	4,76066
4	5,513121	5,72435	4,704914	4,896872
5	5,013888	5,205989	4,546039	4,731514
6	5,395205	5,601916	4,534981	4,720005
7	4,185687	4,346056	3,859328	4,017204
9	5,054772	5,248439	4,220367	4,393012
10	4,736832	4,918318	4,304884	4,480987

11	4,621511	4,798578	3,561065	3,70674
12	4,492428	4,66455	3,549641	3,694849
13	3,886873	4,035793	5,184639	5,382165
14	4,524466	4,697816	5,365032	5,56943
15	4,07332	4,229384	5,35266	5,556587
16	4,693096	4,872906	5,247713	5,447642
17	3,903053	4,052594	5,206694	5,40506
18	3,906004	4,055658	5,105721	5,304645
19	4,157218	4,316497	5,256799	5,46161
20	4,78891	4,972391	5,207133	5,410008
21	4,351415	4,518134	5,331809	5,539542
22	4,506331	4,678986	5,405683	5,616294
23	3,950091	4,101434	5,86398	6,09498
24	3,82665	3,973264	5,923355	6,156694
25	4,192934	4,353581	5,97001	6,205186
26	3,942499	4,093551	5,900431	6,132866
27	4,591544	4,767463	5,689091	5,841555
28	6,025641	6,256506	5,557392	5,706328
29	5,018336	5,210608	5,499032	5,646403
30	4,886831	5,074064	5,506784	5,654363
	Rata-Rata ADBK % (b/b): 4,8339967		Rata-Rata ADBK % (b/b): 5,222336	

## B. Pembahasan

Penelitian uji kandungan sulfur ini, bertujuan untuk mengetahui kadar sulfur dalam pupuk SP-36 hasil

produksi PT Petrokimia Gresik dengan membandingkan dua metode yaitu metode *in house* dan metode inovasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis. pengulangan data pada masing-masing metode sebanyak 30 kali.

Preparasi awal yang penting dilakukan yaitu menghaluskan sampel karena pupuk SP-36 masih berupa granul. Tujuan dari menghaluskan sampel yaitu untuk memperluas permukaan sampel dalam bentuk serbuk, sehingga dapat mempercepat reaksi dan menghomogenkan sampel.

Proses destruksi dari kedua metode, menggunakan HCl p.a, karena kemurniannya tinggi. Kedua metode ini, menggunakan suppressor salt acid. Supressor salt acid adalah larutan buffer bersifat asam yang terbuat dari NaCl-HCl 0,2%, berperan untuk mempertahankan kekeruhan yang terbentuk ( $\text{BaSO}_4$  dalam bentuk koloid), selain itu untuk menjaga suspensi koloid agar stabil dan merata (Wildani, 2016).

Kandungan sulfat pada sampel dapat diketahui setelah dilakukan penambahan HCl p.a dan  $\text{BaCl}_2$ . Penambahan HCl p.a bertujuan untuk mengasamkan larutan sehingga mineral dapat larut dan memecah larutan agar didapat zat yang diinginkan, sedangkan penambahan  $\text{BaCl}_2$  bertujuan agar sulfat mampu berikatan dengan ion  $\text{Ba}^{2+}$  kemudian

membentuk suspensi  $\text{BaSO}_4$ , dengan persamaan reaksinya:



Endapan Putih

Pembacaan kandungan sulfat menggunakan spektrofotometer *UV-Visible* dengan panjang gelombang 425 nm. Sampel yang dianalisis tentunya dibandingkan dengan standar, tujuannya untuk mengetahui apakah nilai sampel masuk dalam rentang standar atau tidak. Berdasarkan **Tabel 4.2** telah diketahui nilai kadar sulfur pada masing-masing metode. Nilai kadar sulfur menggunakan metode *in house* sebesar 4,83% sedangkan nilai kadar sulfur menggunakan metode inovasi sebesar 5,22%. Hasil kadar sulfur yang diperoleh dari kedua metode tersebut telah sesuai dengan syarat mutu kandungan unsur pupuk SP-36 berdasarkan SNI 02-3769-2005, yaitu kadar sulfur minimal 5%.

Kadar air dalam penelitian ini dilakukan secara gravimetri (pengeringan) yaitu dengan menimbang cawan kosong yang telah dibersihkan terlebih dahulu. Selanjutnya menimbang sampel pupuk dalam cawan untuk menentukan berat awalnya, sedangkan berat akhir diperoleh dari sampel beserta cawan yang sudah didinginkan. Pengujian kadar air secara gravimetri karena kandungan air pada pupuk SP-36 lebih banyak daripada

pupuk NPK, sehingga metode gravimetri lebih cocok untuk uji kadar air pada pupuk SP-36. Penelitian ini digunakan tidak menggunakan metode *Karl Fischer* karena metode *Karl Fischer* digunakan untuk uji kadar air pada sampel dengan kandungan air yang sedikit. Pengeringan sampel dilakukan di oven dengan suhu 105°C selama 30 menit. Pada **Tabel 4.1** telah diketahui kadar H<sub>2</sub>O dari masing-masing pengulangan nilainya fluktuatif namun besaran kadar H<sub>2</sub>O masih masuk ke dalam rentang kadar H<sub>2</sub>O pupuk SP-36 sesuai dengan 02-3769-2005 yaitu maksimal 5%.

Data yang dihasilkan melalui penelitian harus dievaluasi dan diuji, tujuannya untuk memastikan apakah metode tersebut menghasilkan data yang valid dan sesuai dengan tujuan, sehingga nantinya metode dapat digunakan untuk analisis berikutnya. Validasi data pada penelitian ini dilakukan analisis data secara analitik, dengan beberapa parameter analitik yang diujikan sebagai berikut:

### **1. Uji Kecukupan Data**

Uji kecukupan data bertujuan untuk mengetahui apakah data yang diambil sudah mewakili suatu populasi atau tidak dalam suatu penelitian. Melakukan pengamatan dalam jumlah yang banyak merupakan pengambilan data yang ideal. Sehingga, pada penelitian ini dilakukan pengambilan data

sebanyak 30 kali pengulangan untuk masing-masing metode. Tingkat kepercayaan yang digunakan dalam penelitian ini adalah 95% dengan derajat ketelitian 5%. Hal tersebut menunjukkan bahwa derajat ketelitian yang menunjukkan penyimpangan maksimal dari hasil pengukuran 5% sedangkan tingkat kepercayaan peneliti terhadap hasil pengukuran yaitu 95% (Andhana & Prastawa, 2019). Hasil uji kecukupan data pada penelitian ini ditunjukkan pada **Tabel 4.3**.

Tabel 4.3 Hasil Uji Kecukupan Data

Metode	N'	N	Keterangan	Simpulan
<i>In House</i>	27,297	30	$N' < N$	Data Cukup
Inovasi	29,615	30	$N' < N$	Data Cukup

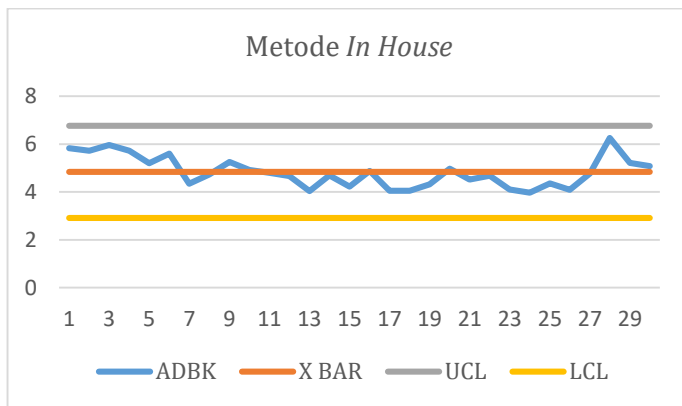
Keterangan = N' = Jumlah data seharusnya  
 N = Jumlah data yang didapat

Berdasarkan **Tabel 4.3** dapat diketahui bahwa uji kecukupan data dari masing-masing metode telah cukup untuk memenuhi syarat analisa secara statistik. Kedua metode menunjukkan nilai ( $N' < N$ ), maka dapat diartikan bahwa data yang diambil dalam penelitian sudah cukup, sehingga tidak perlu melakukan pengambilan data kembali.

## 2. Uji Akurasi Data

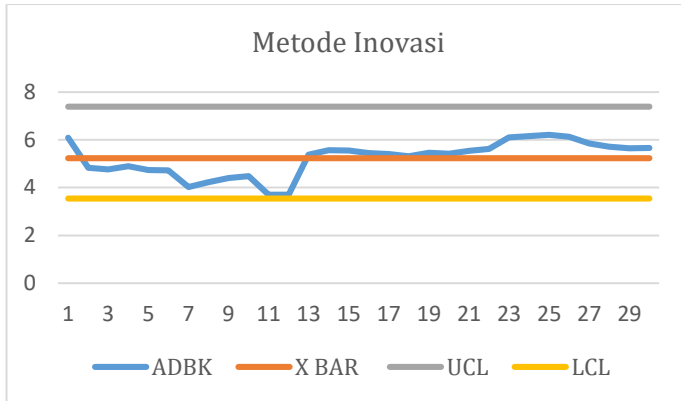
Apabila data yang diperoleh dapat dinyatakan cukup untuk memenuhi syarat analisa secara statistik, maka dilanjutkan dengan uji keseragaman data atau uji

akurasi data. Uji akurasi data ini bertujuan untuk mengetahui apakah besarnya data yang diambil seragam dan saling mendekati. Uji akurasi data juga dapat dilakukan dengan cara visual atau mengaplikasikan peta control (*control chart*) dengan menentukan batas control atas (UCL) dan batas control bawah (LCL) (Rahma et al., 2018).



Gambar 4.1 Hasil Pengujian Akurasi Data Menggunakan Metode *In House*

Garis berwarna biru merupakan titik-titik pengulangan data. **Gambar 4.1** menunjukkan hasil uji akurasi data pada metode *in house* menunjukkan tingkat akurasi yang baik, karena masing-masing pengulangan data tidak melebihi batas atas (UCL) dan batas bawah (LCL). Berdasarkan **Gambar 4.1** rentang akurasi data metode *in house* sebesar (2,907-6,761)%b/b.



Gambar 4.2 Hasil Pengujian Akurasi Data Menggunakan Metode inovasi

Garis berwarna biru merupakan titik-titik pengulangan data. **Gambar 4.2** menunjukkan hasil uji akurasi data pada metode inovasi menunjukkan tingkat akurasi yang baik, karena masing-masing pengulangan data tidak melebihi batas atas (UCL) dan batas bawah (LCL). Berdasarkan **Gambar 4.1** rentang akurasi data metode inovasi sebesar (3,055-7,390)%b/b.

Kedua metode tersebut dikatakan dapat diterima karena kedua metode tersebut tidak melebihi UCL dan LCL yang telah ditentukan pada masing-masing metode.

### 3. Uji Presisi

Uji presisi bertujuan untuk mengetahui tingkat ketelitian dari sesuatu data yang telah diambil yang



diperoleh dari serangkaian proses dalam mengambil data mulai dari sampel, alat, metode, analisis, dan laboratorium yang sama dalam jangka waktu yang singkat, ditunjukkan melalui nilai persen (%RSD). Nilai %RSD ini akan dibandingkan dengan  $2/3CV$  Horwitz. Nilai %RSD pada metode *in house* adalah 13,29% sedangkan nilai  $2/3CV$  Horwitz pada metode *in house* adalah 2,06% maka  $\%RSD > 2/3CV$  Horwitz artinya metode *in house* memiliki tingkat ketelitian yang rendah.

Nilai %RSD pada metode inovasi adalah 13,84% sedangkan nilai  $2/3CV$  Horwitz pada metode inovasi adalah 2,05% maka  $\%RSD > 2/3CV$  Horwitz artinya metode inovasi juga memiliki tingkat ketelitian yang rendah.

Tingkat ketelitian diketahui dari proses pengambilan data melalui sampel, alat, metode, analisis, dan laboratorium. Kemungkinan yang menyebabkan rendahnya tingkat ketelitian pada penelitian ini disebabkan karena beberapa hal, diantaranya pengambilan larutan standar menggunakan pipet skala,  $BaCl_2$  serbuk membentuk gumpalan saat dilarutkan sehingga lama dalam pembentukan koloid,  $BaCl_2$  *aqueous* lebih cepat membentuk koloid namun

pembacaannya tidak sesegera mungkin sehingga membentuk endapan.

#### 4. Uji T

Uji T bertujuan untuk mengetahui apakah hipotesa suatu penelitian ditolak atau diterima. Penelitian ini menggunakan uji T berpasangan (*paired T test*). Uji T berpasangan yaitu suatu metode pengujian hipotesis dengan data yang diterapkan tidak bebas (berpasangan). Ciri yang paling sering ditemui pada uji T berpasangan yaitu satu objek penelitian mendapat 2 buah perlakuan yang berbeda, walaupun peneliti menggunakan objek yang sama, peneliti tetap mendapatkan 2 macam data sampel, yaitu data hasil perlakuan pertama dan data hasil perlakuan kedua (Montolalu & Langi, 2018). Hal ini diterapkan pada penelitian yaitu perlakuan dua metode yang berbeda untuk satu objek yang sama yaitu pupuk SP-36.

Sebelum menentukan nilai  $T_{hitung}$ , ditentukan nilai  $S_{gabungan}$  terlebih dahulu. Berdasarkan perhitungan, besarnya nilai  $S_{gabungan}$  dari kedua metode yaitu 0,68. Selanjutnya dilakukan uji T. Percobaan ini dikatakan diterima atau berhasil dapat dibuktikan dengan uji T, apabila  $T_{hitung} < T_{tabel}$ .

Namun, jika  $T_{hitung} > T_{tabel}$  maka percobaan dapat dikatakan belum berhasil.

Tabel 4.4 Hasil Uji T

Metode In House	Metode Inovasi
Jumlah data ( $N_1$ ); 30	Jumlah data ( $N_2$ ): 30
Rata-rata selisih kedua metode: -0,3883393	
Standar deviasi gabungan: 0,68	
Thitung: -1,5559	
Tingkat ketelitian: 0,05	
db: 29	
Ttabel (TINV(0,05;29)): 2,045	
Hasil: Thitung < Ttabel ( $H_0$ Diterima)	
Kesimpulan: rata-rata hasil pengujian metode <i>in house</i> dan metode inovasi tidak berbeda nyata secara signifikan	

Berdasarkan Tabel 4.4, dihasilkan nilai  $T_{hitung}$  sebesar -1,5559 sedangkan nilai  $T_{tabel}$  yang dihasilkan adalah 2,045, maka dapat diketahui bahwa  $T_{hitung} < T_{tabel}$  yang artinya  $H_1$  ditolak dan  $H_0$  diterima. Pernyataan tersebut menjelaskan bahwa rata-rata hasil pengujian metode *in house* dan metode inovasi tidak berbeda nyata secara signifikan, dengan demikian metode inovasi dapat direkomendasikan sebagai metode analisa dalam penetapan kadar sulfur pada pupuk SP-36.

## **BAB V**

### **SIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. Simpulan**

Simpulan pada penelitian ini, diantaranya:

1. Nilai rata-rata kadar S pada pupuk SP-36 berdasarkan metode *in house* sebesar 4,83%, sedangkan nilai rata-rata kadar sulfur pada pupuk SP-36 menggunakan metode inovasi yaitu 5,22%.
2. Rata-rata hasil pengujian metode *in house* dan metode inovasi tidak berbeda nyata secara signifikan, sehingga metode inovasi dapat diusulkan sebagai metode analisis dan penetapan kadar sulfur pada pupuk SP-36 di PT Petrokimia.
3. Penelitian ini memiliki ketelitian yang rendah.

#### **B. Saran**

Saran untuk penelitian ini yaitu:

1. Penelitian ini merupakan penelitian awal, sebaiknya metode inovasi dilanjutkan ke validasi metode untuk mengetahui apakah metode tersebut layak digunakan dalam analisa rutin.
2. Sebaiknya penelitian ini dilakukan pengulangan untuk mendapatkan data yang lebih teliti dan optimal.

## DAFTAR PUSTAKA

- Ambarwati, Ariyani, N., & Palupi, M. F. (2013). Validasi Metode Spektrofotometri pada Uji Kadar Sediaan Injeksi Obat Hewan Enrofloksasin. *Jurnal Sain Veteriner*, 31(2), 266–273.
- Andhana, M. R., & Prastawa, H. (2019). Analisis Produktivitas Pekerja Dengan Metode Work Sampling Pada Filling Shed I Produk Premium PT.Pertamina Tbbm Semarang Group. *Industrial Engineering Online Journal*, 7(4), 1–8. <https://ejournal3.undip.ac.id/index.php/ieoj/article/view/22992>
- Andri, P. N. (2018). *Validasi Metode Penentuan Kadar Sulfur dalam pupuk Organik Secara Spektrofotometri UV- Visibel di Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta*. Universitas Islam Indonesia.
- Artiningsih, A., Widodo, S., & Firmansyah, A. (2015). Studi Penentuan Kandungan Sulfur ( Sulphur Analysis ) Dalam Batubara Pada Pt Geoservices Samarinda Kalimantan Timur. *Jurnal Geomine*, 2(1), 68–71. <https://doi.org/10.33536/jg.v2i1.25>
- Awalia, N., & Fitriani, I. N. (2020). Analisis Kadar Nitrogen (N) dalam Pupuk NPK Raksi PT. Petrokimia Gresik Menggunakan Metode In House dan SNI-Inovasi. *Jurnal Inovasi Teknik Kimia*, 3(2), 68–72.
- Bernius, J., Kraus, S., Hughes, S., Margraf, D., Bartos, J., Newlon, N., & Sieper, H. P. (2014). Determination of total sulfur in fertilizers by high temperature combustion: Single-laboratory validation. *Journal of AOAC International*, 97(3), 731–735. <https://doi.org/10.5740/jaoacint.13-385>
- BSN. (2005). *SNI 02-3769-2005 Pupuk SP-36*. Badan Standardisasi Nasional.
- BSN. (2019). *Air dan air limbah – Bagian 20 : Cara uji sulfat ( SO4 2-) secara turbidimetri*.
- Danapriatna, N. (2008). Peranan Sulfur Bagi Pertumbuhan

- Tanaman. *Jurnal Ilmu Pengetahuan, Agama Dan Budaya*, 9(1), 39–52.
- Daud, A., Suriati, & Nuzulyanti. (2019). Kajian penerapan faktor yang mempengaruhi akurasi penentuan kadar air metode thermogravimetri. *Lutjanus*, 24(2), 11–16.
- Hajar, I. (2020). *Uji Perbandingan Metode In House dengan Metode Inovasi Penetapan Kadar Fosfor Sebagai  $P_2O_5$  Total Pada Pupuk NPK Reaksi Secara Spektrofotometri Sinar Tampak di PT Petrokimia Gresik*. Politeknik AKA Bogor.
- Lingga, P., & Marsono. (2013). *Petunjuk Penggunaan Pupuk*. Penebar Swadaya.
- Lubis, M. F. S. (2016). *Validasi Metode Penetapan Sulfat Dalam Air Kementerian Perindustrian Republik Indonesia*.
- Mashtura, S. P., Sufardi, & Syakur. (2013). Pengaruh Pemupukan Phosfat dan Sulfur Terhadap Pertumbuhan dan Serapan Hara Serta Efisiensi Hasil Padi Sawah (*Oryza sativa* L.). *Jurnal Manajemen Sumberdaya Lahan*, 2, 285–295.
- Montolalu, C., & Langi, Y. (2018). Pengaruh Pelatihan Dasar Komputer dan Teknologi Informasi bagi Guru-Guru dengan Uji-T Berpasangan (Paired Sample T-Test). *D’CARTESIAN*, 7(1), 44.  
<https://doi.org/10.35799/dc.7.1.2018.20113>
- Mulyanto, B. S. (2013). *Kajian Rekomendasi Pemupukan Berbagai Jenis Tanah pada Tanaman Jagung, Padi dan Ketela Pohon di Kabupaten Wonogiri*. Universitas Sebelas Maret.
- Permanasari, A., Zulkiah, Suryana, A., Siswaningsih, W., & Zackiyah. (2016). *Kimia Analitik Instrumen* (pp. 1–46). Universitas Terbuka.
- Petrokimia. (2020). *Informasi Produk*. Petrokimia.  
<https://petrokimia-gresik.com/product/pupuk-sp-36>
- Rahma, C., Ariska, A., & Afriasari, V. (2018). Optimalisasi Pelayanan Unit BPJS RSUD Melalui Perhitungan Waktu Siklus Operator Pelayanan SEP. *Jurnal Optimalisasi*, 4(1), 11–20.

- Sinila, S. (2016). *Farmasi Fisik*. Kementerian Kesehatan Republik Indonesia.
- Suharti, T. (2017). *Dasar-Dasar Spektrofotometri UV-Vis dan Spektrofotometri Massa Untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*. CV. Anugrah Utama Raharja.
- Tuning S, S., & Samin. (2012). Pengendalian Mutu Hasil Uji Unsur-Unsur Ca dan Mg dalam Air Tangki Reaktor dengan Metode AAS. *Prosiding Pertemuan Dan Presentasi Ilmiah*, 184–189.
- Utami, A. R. (2017). *Verifikasi Metode Pengujian Sulfat Dalam Air dan Air Limbah Sesuai SNI 6989 . 20 : 2009*. 2(1).
- Wildani. (2016). *Penetapan Kadar Sulfat Pada Air Bersih Dengan Metode Turbidimetri*. Universitas Sumatera Utara.
- Yanlinastuti, & Fatimah, S. (2016). Pengaruh Konsentrasi Pelarut untuk Menentukan Kadar Zirkonium dalam Paduan U-Zr dengan Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-VIS. *PIN Pengelolaan Instalasi Nuklir*, 1(17), 22–33.
- Yudono, P., Maas, A., Masyhuri, Sumardiyono, C., & Yuwono, T. (2018). *Pengantar Ilmu Pertanian* (T. Yuwono (ed.)). Universitas Gajah Mada.

## LAMPIRAN

### Lampiran 1 Analisis Perhitungan

- **Metode In House**

$$\begin{aligned} \text{Diketahui : } K &= 2 & \Sigma X^2 &= 21030,51 \\ N &= 30 & (\Sigma X^2) &= 712,977 \\ \alpha &= 0,05 & \Sigma X &= 145,019 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} N' &= \left( \frac{K \sqrt{N \Sigma X^2 - (\Sigma X)^2}}{S} \right)^2 \\ &= \left( \frac{2 \sqrt{30 \times 21030,51 - 712,977}}{0,05 \times 145,019} \right)^2 \\ &= 27,297 \approx 28 \text{ data} \\ - \text{ ADBK rata-rata} &= \frac{145,019}{30} = 4,8339967 \\ - \sigma &= \sqrt{\frac{11,9599}{29}} = 0,6422 \\ - \text{ UCL} &= 4,8339967 + (3 \times 0,6422) \\ &= 6,760567 \\ - \text{ LCL} &= 4,8339967 - (3 \times 0,6422) \\ &= 2,907367 \\ - \% \text{RSD} &= \frac{0,6422}{4,8339967} \times 100\% \\ &= 13,29\% \\ - \%2/3 \text{CV Horwitz} &= 2^{1-0,5 \times \log 0,006422} \\ &= 2,0641099\% \end{aligned}$$



- **Metode Inovasi**

Diketahui :  $K = 2$                        $\Sigma X^2 = 24545,51$   
                    $N = 30$                          $(\Sigma X^2) = 833,3278$   
                    $\alpha = 0,05$                  $\Sigma X = 156,6701$

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

$$= \left( \frac{2 \sqrt{30 \times 24545,51 - 833,3278}}{0,05 \times 156,6701} \right)^2$$

$$= 29,615 \approx 30 \text{ data}$$

$$\text{- ADBK rata-rata} = \frac{156,6701}{30} = 5,222336$$

$$\text{- } \sigma = \sqrt{\frac{15,1441}{29}} = 0,7226$$

$$\text{- UCL} = 5,222336 + (3 \times 0,7226) \\ = 7,390136$$

$$\text{- LCL} = 5,222336 - (3 \times 0,7226) \\ = 3,054536$$

$$\text{- \%RSD} = \frac{0,7226}{5,222336} \times 100\% \\ = 13,84\%$$

$$\text{- \%2/3CV Horwitz} = 2^{1-0,5 \times \log 0,007226} \\ = 2,047034014\%$$

- $S_{gabungan}$

Diketahui :  $N_1 = 30$        $\sigma_1^2 = 0,4124$

$N_2 = 30$        $\sigma_2^2 = 0,5222$

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

$$= \sqrt{\frac{(30-1)(0,4124) + (30-1)(0,5222)}{30+30-2}}$$

$$= 0,68$$

- Uji T

Diketahui:  $\bar{X}_1 = 4,8339967$        $N_1 = 30$

$\bar{X}_2 = 5,222336$        $N_2 = 30$

$S_{gabungan} = 0,68$

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

$$= \frac{4,8339967 - 5,222336}{0,68 \left( \sqrt{\frac{1}{30}} + \sqrt{\frac{1}{30}} \right)}$$

$$= -1,5559$$

$T_{tabel} = \text{TINV}(0,05, 29)$

$= 2,045$

$T_{hitung} < T_{tabel}$

OPEN  
ACCESS

### Analysis Sulphur (S) Content of SP-36 Fertilizer PT Petrokimia Using In-House and Innovation Method

Salsa Fitriani<sup>1\*</sup>, Ika Nur Fitriani<sup>2</sup>

**Abstract.** Fertilizer is an essential component in increasing food self-sufficiency in Indonesia. PT Petrokimia Gresik is one of the fourth-largest fertilizer producers in Indonesia and produces various kinds of fertilizers. One of the fertilizer is SP-36, contains sulphur and phosphate. This study investigated the sulphur (S) content in SP-36 fertilizer using the in-house and innovation method. The difference between the two methods is BaCl<sub>2</sub>; the in house method used BaCl<sub>2</sub> powder, while the Innovation method used liquid BaCl<sub>2</sub>. Different used of BaCl<sub>2</sub> were based on their colloid formation. This study used a UV-Vis spectrophotometer instrument to calculate the sulphur content of SP-36 fertilizer. The results obtained from the research show that the two methods tested can be used to measure the sulphur content in SP-36 fertilizer. The most accurate result was In house method. The average value of sulphur content in SP-36 fertilizer using the in house method is 4,83%, while the average value of sulphur content in SP-36 fertilizer using the innovation method is 5,22%.

**Keywords:** In-house method, Innovation method, SP-36 fertilizer, Sulphur

<sup>1</sup>Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Islamic State University of Walisongo Semarang, Semarang 50185, Indonesia  
Correspondence and requests for materials should be addressed to Salsa Fitriani (email: [fitriani.salsa@gmail.com](mailto:fitriani.salsa@gmail.com))

## Introduction

Fertilizer is a compound containing nutrients and minerals to be given to plants in a specific amount and size. Generally, fertilizer consists of water-repellent substances, nutrients, consistency regulators, fillers, dirt, and others. Farmers had assumed that fertilizer was an essential element in agricultural farming. Fertilizer plays a vital role in plant growth and plant maintenance to produce agricultural products as expected. Plants need optimum factors in order to achieve production results as expected, including the soil availability of nutrients. If the soil did not contain sufficient nutrients for plants, it is important to apply fertilizer to meet this deficiency. In a broad sense, fertilizer is any substance added to the soil to provide the essential element that plants need [1].

Fertilizers based on their content, physical form, the release of nutrients, chemical reactions, compounds and manufacturing processes were classified into organic fertilizers and inorganic fertilizers. Organic fertilizers derived from weathering the remains of plants, animals and other natural materials. Organic fertilizers could be processed naturally or through human engineering [2], either solid or liquid. The fertilizers included inorganic fertilizers are manure, compost, humus and artificial organic fertilizers. Inorganic fertilizers, synthetic fertilizers or natural fertilizers made from chemicals, including nitrogen, phosphorus and potassium (NPK), ammonium sulfate (ZA), Urea, triple super phosphate (TSP) and others [3].

SP-36 fertilizer (Super Phosphate) was the best choice to meet the needs of soil and plants for phosphate nutrients because some of its advantages include having a high content of phosphate in the

form of  $P_2O_5$ . The 36% of phosphate nutrients in SP-36 fertilizer almost entirely soluble in water, did not affect soil acidity because it is neutral, difficult to be absorbed by water, can be mixed with urea or ZA fertilizer in its use. The characteristics of SP-36 fertilizer were granular, grey, and non-hygroscopic. The nutrient content of P in SP-36 fertilizer can promote good root growth and root system, stimulate flower growth and ripeness of fruit or seeds, accelerate harvesting, increase the percentage of flowers formation into fruit or seeds, increase plant resistance to pests, diseases and drought. Superphosphate fertilizer ( $Ca(H_2PO_4)_2$ ) can cause the soil become acidic. Phosphoric acid completely formed  $H^+$  ions into the soil when the pH starts from 3.0 to 7.0 [4].

The sulphur content in the SP-36 fertilizer is 5%. The methods used in determining sulphur contents were in-house methods and innovative methods. The in-house method was used by Petrokimia, referring to the Indonesian National Standard (SNI) and the American Society for Testing and Materials (ASTM) modified and validated. Current study modified in-house method to find out time and cost efficiency in the analysis process. The in-house method used  $BaCl_2$  powder in 15 mL of the acidic salt as a suppressor, while the innovation method used 20 mL of 0.2 %  $BaCl_2$  in 15 mL of the acidic salt.  $BaCl_2$  powder took longer time to form colloids but usually clumps formed as a result of imperfect analysis using UV-Vis spectrophotometer. In contrast, solution of  $BaCl_2$  formed colloids more quickly as well as detected sample using UV-Vis spectrophotometer. Water content of SP-36 fertilizer was analyzed through thermogravimetry analysis.

## Experimental

### *Instruments and materials*

The instrumentation used included a Shimadzu UV 1800 UV-Vis spectrophotometer, and other supporting tools, namely a spiral hotplate, a 4-decimal analytical balance, magnetic stirrer, Whatman filter paper number 41, plastic funnel, volume pipette, beaker glass, oven, measuring flask,

mortar pestle, spatula. The raw materials used were obtained from the Laboratory Factory II-B Petrokimia, Gresik including SP-36 fertilizer, HCl p.a (Honeywell),  $BaCl_2$  p.a (Merck), salt acid suppressor (NaCl-HCl 0,02%), sulfuric standard solution (Merck).

**Analysis Test of Sulphur (S) Content Using In-House and Innovation Method**

The first step in both of methods was made a sample solution. The sample of the SP-36 product was mashed using a mortar and pestle. Refined samples then weighed of  $\pm 0.5$  g for in-house method and  $\pm 0.8$  g for innovation method. Sample was diluted in distilled water, then added 15 mL of HCl p.a. The sample solution was homogenized with a magnetic stirrer and filtered. For in-house method, 5 mL of sample was added by 15 mL salt acid suppressor, one spoon  $\text{BaCl}_2$  mixed with distilled water and homogenized, while for innovation method was took 10 mL, 15 mL of salt acid suppressor and 20 mL of  $\text{BaCl}_2$  0,2%. Both of samples were analyzed UV-Vis Shimadzu UV 1800 spectrophotometer at a wavelength of 425 nm using 5 ppm of  $\text{SO}_4^{2-}$  standard for in-house method and 50 ppm of  $\text{SO}_4^{2-}$  standard for innovation method standard as blank solution. Sulphur content was calculated with following formula (Equation 1):

$$\% S (\text{ADBB}) = \frac{M_r S}{M_r \text{SO}_4^{2-}} \times \frac{\text{Abs Sample}}{\text{Abs Standard}} \times \frac{\text{VLT} \times \text{FP} \times \text{C standard}}{\text{weight}} \times 100\% \quad (1)$$

The cup was cleaned then weighed with the lid (W0). The SP-36 fertilizer sample of  $\pm 2,0$  g ( $W_1$ ), was put into a cup and was heated at 105 °C for 30 minutes, then weighed after cooling ( $W_2$ ).  $\text{H}_2\text{O}$  content was calculated using the following formula:

$$\% \text{H}_2\text{O} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100\% \quad (2)$$

Then %S and % $\text{H}_2\text{O}$  was used to calculate basis of dry weight (ADBK) using Equation 3.

$$\text{ADBK} = \frac{\% S}{100\% - \% \text{H}_2\text{O}} \times 100\% \quad (3)$$

**Results and Discussion**

The sulfur content test aimed to determine the sulfur content in the SP-36 fertilizer product. The experiment methods in this study were in-house method and innovative method, which were analyzed using UV-Vis spectrophotometer. Each data was taken as many as 30 data (see Table 1). The initial preparation carried out is to refine the sample because the sample was stilled in the form of a granule. It was necessary to expand the surface of the sample in powder form, to speed up the reaction and to homogenize the sample.

The process of collecting data on the sample using the in-house method and innovation method used HCl p.a. because technical HCl has a high sulfur content, so that it interfered with the final sulfur content in SP-36 fertilizer. The sulfate content of the sample was determined after adding HCl and  $\text{BaCl}_2$ . The addition of HCl aimed to acidify the solution so that the minerals were dissolved. Meanwhile, the addition of  $\text{BaCl}_2$  aimed to make the sulfate able to bind  $\text{Ba}^{2+}$  ions and to form a white precipitate in the form of  $\text{BaSO}_4$  [1], see Equation 4.



The working principle of the UV-Vis spectrophotometer refers to the Lambert-Beer law [6]. The study used a UV-Vis Shimadzu 1800 spectrophotometer which had been modified with a capillary. The data obtained from the UV-Vis spectrophotometer was absorbance that used to calculatesulphur content based on wet weight (ADBB) in the sample. Based on calculations, the average value of sulphur content in SP-36 fertilizers using the in-house method is 4,83%. While the average value of sulphur content in the SP-36 fertilizer using the innovation method is 5,22%.

Furthermore, analysis of  $\text{H}_2\text{O}$  content in the SP-36 sample was carried out due to the effect of storage of the SP-36 sample influenced by temperature. For instance, when sample was stored in a very humid condition, affected its water content so that to maximize the sulfur content contained in the SP-36 sample. The data of  $\text{H}_2\text{O}$  content can be shown in the Table 2.

**Table 1.** Analysis of sulfur content measurement using the in-house method and innovation method

Data No-	In-House Method		Innovation Method	
	% (w/w) ADBB	% (w/w) ADBK	% (w/w) ADBB	% (w/w) ADBK
1	5,616463	5,831651	5,848276	6,086882

2	5,513121	5,72435	4,636741	4,825916
3	5,737103	5,956913	4,574042	4,76066
4	5,513121	5,72435	4,704914	4,896872
5	5,013888	5,205989	4,546039	4,731514
6	5,395205	5,601916	4,534981	4,720005
7	4,185687	4,346056	3,859328	4,017204
9	5,054772	5,248439	4,220367	4,393012
10	4,736832	4,918318	4,304884	4,480987
11	4,621511	4,798578	3,561065	3,70674
12	4,492428	4,66455	3,549641	3,694849
13	3,886873	4,035793	5,184639	5,382165
14	4,524466	4,697816	5,365032	5,56943
15	4,07332	4,229384	5,35266	5,56587
16	4,693096	4,872906	5,247713	5,447642
17	3,903053	4,052594	5,206694	5,40506
18	3,906004	4,055658	5,105721	5,304645
19	4,157218	4,316497	5,256799	5,46161
20	4,78891	4,972391	5,207133	5,410008
21	4,351415	4,518134	5,331809	5,539542
22	4,506331	4,678986	5,405683	5,616294
23	3,950091	4,101434	5,86398	6,09498
24	3,82665	3,973264	5,923355	6,156694
25	4,192934	4,353581	5,97001	6,205186
26	3,942499	4,093551	5,900431	6,132866
27	4,591544	4,767463	5,689091	5,841555
28	6,025641	6,256506	5,557392	5,706328
29	5,018336	5,210608	5,499032	5,646403
30	4,886831	5,074064	5,506784	5,654363
Average of ADBK % (b/b): 4,8339967		Average of ADBK % (b/b): 5,222336		

Table 2. H<sub>2</sub>O content of in-house method and innovation method

In-House Method		Innovation Method	
Data Replication	Content of H <sub>2</sub> O % (w/w)	Data Replication	Content of H <sub>2</sub> O % (w/w)
1-30	3,69	1-6	3,92
		7-12	3,93
		13-17	3,67
		18-22	3,75
		23-26	3,69
		27-30	2,61

**Data Adequacy Test**

After obtaining the ADBK data, it was continued by calculating the data adequacy test, aiming to find out whether the sample data taken was sufficient. Observational data was considered sufficient if  $N' < N$  [2].

The data adequacy test was used to determine the number of samples taken to meet the ideal data or to proceed to the next data processing process. Equation 5 is the formula to calculate  $N'$ .

$$N' = \left( \frac{K \sqrt{N \Sigma X^2 - (\Sigma X)^2}}{S \Sigma X} \right)^2 \quad (5)$$

Information:

- $N'$  = the number of observations that must be made
- $K$  = confidence interval in the observation ( $k = 2, 1-\alpha = 95\%$ )
- $S$  = degree of accuracy of observation (5%)
- $N$  = amount of data obtained
- $X$  = observational data

Data adequacy test shown in Table 3, that data in the study were adequate, because both of methods were shown  $N' < N$ , it means that data were sufficient, so that it did not require retrieval of data again.

**Table 3.** Results of data adequacy test

Method	$N'$	$N$	Information	Conclusion
In House	27,297	30	$N' < N$	sufficient
Inovasi	29,615	30	$N' < N$	sufficient

Information:  $N'$  = The amount of data should be

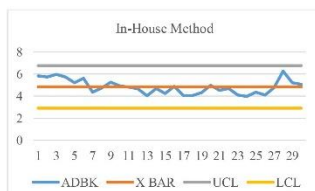
$N$  = The amount of data obtained

**Data Accuracy Test**

If data were sufficient, it was continued with the data uniformity test or accuracy test. The data accuracy test was used to determine how close the sample ratio to the desired value. With Upper Control Line (UCL) =  $X+3\alpha$  and Lower Control Line (LCL) =  $X-3\alpha$ . The mathematical equation is as follows:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\Sigma(X - \bar{X})^2}{N - 1}} \quad (6)$$

Data were considered accurate (adjacent) if all samples were in the upper limit (UCL) and lower limit (LCL) ranges [2]. Data of accuracy test from the Upper Control Limit (UCL) and Lower Control Limit (LCL) ranges shown in Figure 1 for in-house method and Figure 2 for innovation method. Based on the result were shown in the Figure 1 and Figure 2 then the accuracy range were 2.907 – 6.761 % w/w and 3.055 – 7.390 % w/w for in-house method and innovation method respectively. The blue line is dots repetition of data. Both results showed none of them out from the accuracy range, so that the data obtained had a good level of accuracy.



**Figure 1.** Results of data accuracy test using in-house method

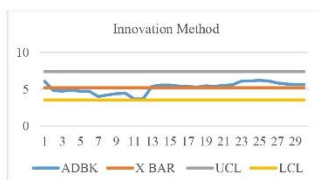


Figure 2. Results of data accuracy test using innovation method

#### Data Precision Test

Then proceed with the precision test to determine data precision and data accuracy, that calculated using Equation 7, while data accuracy was measured as the %CV Horwitz, see Equation 8.

$$\%RSD = \frac{\sigma}{\bar{X}} \times 100\% \quad (7)$$

$$\%CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \log c} \quad (8)$$

While,

#### Data Analysis

Analyze data was done to calculate the  $S_{combined}$  using formula at Equation 10.

$$S_{combined} = \sqrt{\frac{(N_1-1)\sigma_1^2 + (N_2-1)\sigma_2^2}{N_1 + N_2 - 2}} = 0,68 \quad (10)$$

The smaller standard deviation value, the better data that has been taken. Based on the calculations, the combined standard deviation of the two methods was 0,68. Furthermore, the T-test calculation was carried out. This experiment quiz to be accept or successful. It be proven by the T-test, if  $T_{count} < T_{table}$ . However if  $T_{count} > T_{table}$ , the experiment was not successful. To find out whether

#### Conclusion or Closing Remarks

The sulphur content test was used to determine the level or sulphur content in the factory SP-36 fertilizer. This test can be done through two methods, including in-house method and innovation method. The innovation method can be used as a substitute for the in-house method. The in-house

$$c = \frac{\sigma}{100} = \text{content fraction} \quad (9)$$

Precision test showed both methods were less precision because of  $\%RSD > 2/3\%CV$  Horwitz. Best accuracy obtained when  $\%RSD$  value  $< 2/3\%CV$  Horwitz [3]. This can be due to several factors, including did not use appropriate measurement tools during the in-house method, characteristic of  $BaCl_2$  powder which coagulates when dissolved, it took time to form colloids, while liquid  $BaCl_2$  formed colloids faster, but the detecting was not as soon as possible so that it formed a precipitate.

data was accepted or rejected (see Equation 11).

$$T_{count} = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{S_{combined} \left( \sqrt{\frac{1}{N_1}} + \sqrt{\frac{1}{N_2}} \right)} = -1,5559 \quad (11)$$

Data were reject if  $T_{count} > T_{table}$  and if  $T_{count}$  had a negative value data were accepted, so that  $T_{count} < T_{table}$  [4], based on calculation of this experiment was -1,5559, while the  $T_{table}$  value was 2,045. This data showed that the two methods were not much different or be used as a substitute for the in-house method.

method of sulphur content testing was more accurate than the innovation method, based on the calculation. The average value of sulphur content in SP-36 fertilizers based on the in-house method was 4,83%, while the average value of sulphur content in SP-36 fertilizers using the innovation method was 5,22%.



**Acknowledgements**

Thanks to Mr. Abizar Rahman Hadi as field Advisor Practical Work in Factory Laboratory II-B,

Department of Energy Process an Management, PT Petrokimia Gresik who has helped the author by providing all the facilities until this research was complete.

**References**

- [1] H. D. Foth, *Dasar-Dasar Ilmu Tanah*. Jakarta: Erlangga, 1994.
- [2] F. G. Dewanto, J. J. M. R. Londok, R. A. V. Tuturoong, and W. B. Kaunang, "Pengaruh Pemupukan Anorganik Dan Organik Terhadap Produksi Tanaman Jagung Sebagai Sumber Pakan," *Zootec*, vol. 32, no. 5, pp. 1–8, 2017, doi: 10.35792/zot.32.5.2013.982.
- [3] E. S. Syarif, *Kesuburan dan Pemupukan Tanah Pertanian*. Bandung: Pustaka buana, 1986.
- [4] Petrokimia, "Informasi Produk," *Petrokimia*, 2020. [Online]. Available: <https://petrokimia-gresik.com/product/pupuk-sp-36>. [Accessed: 10-Feb-2020].
- [5] R. Burhanudin, C. Z. Subarkah, and S. Sari, "Penerapan Model Pembelajaran Content Context Connection Researching Reasoning Reflecting {3C3R} Untuk Mengembangkan Keterampilan Generik Sains Siswa Pada Konsep Koloid," *JTK (Jurnal Tadris Kim.)*, vol. 3, no. 1, pp. 11–21, 2018, doi: 10.15575/jtk.v3i1.2595.
- [6] Yanlinastuti and S. Fatimah, "Pengaruh Konsentrasi Pelarut untuk Menentukan Kadar Zirkonium dalam Paduan U-Zr dengan Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-VIS," *PIN Pengelolaan Instal. Nukl.*, vol. 1, no. 17, pp. 22–33, 2016.
- [7] A. Daud, Suriati, and Nuzulyanti, "Kajian penerapan faktor yang mempengaruhi akurasi penentuan kadar air metode thermogravimetri," *Lutjanus*, vol. 24, no. 2, pp. 11–16, 2019.
- [8] A. Oktavia, Klara, Nurlina, Shofiyani, "Penurunan Kadar Ion Sulfat Dalam Air Menggunakan Komposit Kitosan/Zeolit/Pva," *J. Kim. Khatulistiwa*, vol. 7, no. 4, pp. 66–74, 2018.
- [9] C. Rahma, A. Ariska, and V. Afriasari, "Optimalisasi Pelayanan Unit BPJS RSUD Melalui Perhitungan Waktu Siklus Operator Pelayanan SEP," *J. Optim.*, vol. 4, no. 1, pp. 11–20, 2018.
- [10] Ambarwati, N. Ariyani, and M. F. Palupi, "Validasi Metode Spektrofotometri pada Uji Kadar Sediaan Injeksi Obat Hewan Enrofloxasin," *J. Sain Vet.*, vol. 31, no. 2, pp. 266–273, 2013.
- [11] C. Montolalu and Y. Langi, "Pengaruh Pelatihan Dasar Komputer dan Teknologi Informasi bagi Guru-Guru dengan Uji-T Berpasangan (Paired Sample T-Test)," *d'CARTESIAN*, vol. 7, no. 1, p. 44, 2018, doi: 10.35799/dc.7.1.2018.20113.

### Lampiran 3 Dokumentasi Pengambilan Data



Sampel dan Reagen



BaCl 0,2%  
Pengenceran

Penghalusan  
500 mL  
Sampel

Destruksi



Stirring

Penimbangan

Penyaringan



Pengenceran 100 mL

Spektrofotometer Pemanasan  
UV-Vis

## RIWAYAT HIDUP

### A. Identitas Diri

1. Nama Lengkap : Salsa Fitriani
2. Tempat & Tgl. Lahir : Semarang, 06 Juni 1999
3. Alamat Rumah : Perum Kaliwungu Indah  
Jln Mangga B6 No 22 RT 09  
RW 10, Kel. Protomulyo,  
Kec. Kaliwungu Selatan,  
Kab. Kendal, Jawa Tengah
4. HP : 0858-4862-7946
5. E-mail : [fitrani.salsa@gmail.com](mailto:fitrani.salsa@gmail.com)

### B. Riwayat Pendidikan

1. Pendidikan Formal:
  - a. SD Al Hikmah 2005-2011
  - b. SMP Negeri 2 Kaliwungu 2011-2014
  - c. SMA Negeri 1 Kaliwungu 2014-2017
  - d. Kimia UIN Walisongo Semarang 2017-2021
2. Pendidikan Non-Formal:
  - a. TPQ Al Hikmah 2005-2011
  - b. Ma'had Al Jami'ah Walisongo 2017-2018
  - c. Pondok Pesantren Fadhlul Fadhlun 2018-2021

### C. Publikasi Ilmiah

*Analysis Sulphur (S) Content of SP-36 Fertilizer PT Petrokimia Using In-House and Innovation Method*

Semarang, 2 Mei 2021

**Salsa Fitriani**

NIM : 1708036018