

**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 14.8551%*b/b* dan 15.386%*b/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 amoniak 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 H<sub>2</sub>O 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 dapatkah 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, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98%, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.05 N, NaOH 0.25 N, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 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 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 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 penjerap yaitu H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N 25 mL dengan indikator *mix acid* dalam erlenmeyer pada metode *in house* dan H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 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 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 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*

$$\%N = \frac{(N_{H_2SO_4} \times V_{H_2SO_4}) - (N_{NaOH} \times V_{NaOH}) \times 14 \times 100}{\text{bobot penimbangan}} F \quad (1)$$

Metode SNI-Inovasi

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

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



**Gambar 1. Rangkaian Alat Tahapan Metode *Kjeldahl***

Pengukuran kadar H<sub>2</sub>O 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 H<sub>2</sub>O 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<sub>0</sub>): Rerata hasil pengujian metode *in house* dan metode SNI-inovasi tidak berbeda nyata secara signifikan.

Hipotesis alternatif (H<sub>1</sub>): Rerata hasil pengujian *in house* dan metode SNI-Inovasi berbeda nyata secara signifikan.

Uji Kecukupan Data

Data pengamatan dianggap cukup apabila N' < N.

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

Uji Presisi

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

$$\%RSD = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100\% \tag{4}$$

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

dengan:

$$c = \frac{\sigma}{100} = \text{fraksi kadar} \tag{6}$$

Uji Akurasi

Upper Warning Line (UWL) = X + K.2σ

Lower Warning Line (LWL) = X - K.2σ

dengan:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{X})^2}{N - 1}} \tag{7}$$

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<sub>hitung</sub> < T<sub>tabel</sub> maka H<sub>0</sub> diterima dan H<sub>1</sub> ditolak, dan jika T<sub>hitung</sub> > T<sub>tabel</sub> maka H<sub>0</sub> ditolak dan H<sub>1</sub> diterima (Santoso, 2018).

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

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Uji kadar H<sub>2</sub>O 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<sub>2</sub>O dengan menggunakan metode *Karl Fischer Titration*. Hasil uji kadar H<sub>2</sub>O ditunjukkan pada tabel 1:

Tabel 1. Hasil Uji Kadar H<sub>2</sub>O

Bobot Sampel (g)	Volume Penitran (mL)	Kadar H <sub>2</sub> O (%)
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<sub>2</sub>O menunjukkan bahwa kadar H<sub>2</sub>O 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**

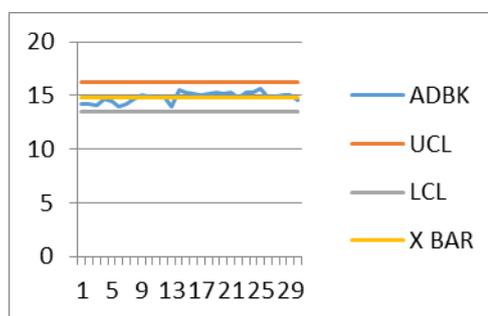
Metode <i>in house</i>		Metode SNI-Inovasi	
% (b/b) ADBB	% (b/b) ADBK	% (b/b) ADBB	% (b/b) ADBK
14.06663	14.26058	15.60067	15.73918
14.00406	14.19715	16.08388	16.22667
13.88195	14.07335	15.34091	15.4771
14.52764	14.72794	15.50804	15.64572
14.19448	14.39019	14.26099	14.3876
13.83936	14.03017	14.5774	14.70534
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
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=		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.

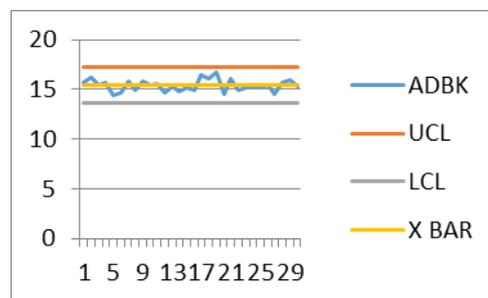
Uji presisi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kedekatan nilai pengulangan yang telah diperoleh, ketelitian yang baik adalah apabila nilai  $\%RSD < \text{nilai } 2/3CV \text{ Horwitz}$  (Sumardi, 2001). Hasil perhitungan uji presisi kedua metode menunjukkan bahwa  $\%RSD > \text{nilai } 2/3CV \text{ Horwitz}$  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  $\%RSD < \text{nilai } 2/3CV \text{ Horwitz}$  (Friscylia 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 Praktik 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*.

Frisyilia, 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 Purbaningtiyas, 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.