



Uji Homogenitas Terhadap Sampel Uji Profisiensi Urea Prill Dengan Parameter Nitrogen

Hikmahida^{1*}, Hasan Marzuki¹, Mufty Hakim²

¹Universitas Islam Negeri Raden Fatah Palembang, Indonesia

²Staf Ahli Pengujian dan Kalibrasi Laboratorium, PT Pupuk Sriwidjaja Palembang, Indonesia

*e-mail korespondensi: 1910802005@radenfatah.ac.id

Abstract. Based on ISO/IEC 17043:2010 proficiency test is a way to determine laboratory performance. One of the sample requirements that can be used as a proficiency test sample is that the sample must be homogeneous. In maintaining performance accuracy, the Product Testing Laboratory at PT. Pupuk Sriwidjaja conducted a homogeneity test on the urea sample of prill. The purpose of this homogeneity test is to determine whether the proficiency test sample is homogeneous or not by testing each sample of urea prill which was randomly selected for duplicate analysis and statistically evaluating the data before the sample is sent to the proficiency test participants. The concentration test method used in the homogeneity test is the Kjeldhal analyzer method which goes through three stages, namely the destruction process, the distillation process and the titration stage according to SNI 2801:2010 where one of the quality requirements for urea fertilizer with a nitrogen content of at least 46%. The results of the homogeneity test for measuring nitrogen levels showed homogeneous results with the criteria for the standard deviation of the between-samples value of ≤ 0.3 SDPA ($CV_{Horwitz}$) where it was obtained $0.047357975 \leq 0.311970958$ which means the results of this homogeneity test were declared homogeneous. Based on this, the proficiency test sample is ready to be sent to each proficiency test participant.

Keyword: homogeneity; proficiency; urea; nitrogen; kjeldhal analyzer

Abstrak. Berdasarkan ISO/IEC 17043:2010 uji profisiensi merupakan suatu cara untuk mengetahui kinerja laboratorium. Salah satu syarat sampel yang dapat digunakan sebagai sampel uji profisiensi adalah sampel tersebut harus homogen. Dalam menjaga akurasi kinerja maka Laboratorium Pengujian Produk di PT. Pupuk Sriwidjaja melakukan uji homogenitas pada sampel urea prill. Tujuan uji homogenitas ini untuk mengetahui sampel uji profisiensi bersifat homogen atau tidak dengan cara dilakukan pengujian terhadap masing – masing sampel urea prill yang terpilih secara random untuk analisis duplo dan dilakukan evaluasi data secara statistika sebelum sampel dikirimkan kepada peserta uji profisiensi. Metode uji kadar yang digunakan dalam uji homogenitas yaitu metode kjeldhal analyzer yang melalui tiga tahap yaitu proses destruksi, proses distilasi dan tahap titrasi sesuai SNI 2801:2010 dimana salah satu syarat mutu pupuk urea dengan kadar nitogen yaitu minimal 46%. Hasil uji homogenitas pengukuran kadar nitrogen menunjukkan hasil yang bersifat homogen dengan kriteria nilai standar deviasi between-samples $\leq 0,3 \sigma$ SDPA ($CV_{Horwitz}$) dimana diperoleh $0,047357975 \leq 0,311970958$ yang berarti hasil uji homogenitas ini dinyatakan homogen. Berdasarkan hal tersebut sampel uji profisiensi siap dikirim kepada masing-masing peserta uji profisiensi.

Kata kunci: homogenitas; profisiensi; urea; nitrogen; kjeldhal analyzer

PENDAHULUAN

Laboratorium pengujian produk berperan penting dalam melakukan analisa quality control produk akhir seperti urea. Kompetensi laboratorium ini dapat dibuktikan dengan keikutsertaan program uji profisiensi dengan penerapan pengendalian mutu internal yang baik dan benar [1]. Berdasarkan ISO/IEC 17043:2010 uji profisiensi merupakan suatu cara untuk mengetahui kinerja laboratorium. Oleh karena itu, Laboratorium pengujian produk di PT. Pupuk Sriwidjaja Palembang sebagai lembaga yang sudah terakreditasi oleh KAN mengadakan uji profisiensi sebagai bentuk jaminan mutu internal.

Salah satu syarat sampel layak yang digunakan sebagai sampel uji profisiensi adalah sampel tersebut harus homogen. Dalam menjaga akurasi kinerja maka Laboratorium Pengujian Produk di PT. Pupuk Sriwidjaja melakukan uji homogenitas pada sampel urea prill. Uji homogenitas adalah pengujian mengenai sama tidaknya variansi-variansi dua buah distribusi atau lebih [1]. Uji homogenitas digunakan untuk mengetahui apakah beberapa varian populasi adalah sama atau tidak. uji homogenitas dilakukan untuk menjamin bahwa pada saat bahan uji profisiensi diterima oleh peserta tetap dalam keadaan homogen [2]

Metode uji kadar yang digunakan dalam uji homogenitas terhadap sampel uji profisiensi urea prill ini yaitu metode kjeldhal analyzer untuk kadar nitrogen yang melalui tiga tahap yaitu proses destruksi, proses distilasi dan tahap titrasi sesuai SNI 2801:2010 dimana salah satu syarat mutu pupuk urea dengan kadar nitrogen yaitu minimal 46%. Metode Kjeldhal adalah metode yang digunakan untuk menentukan kadar nitrogen atau disebut sebagai metode protein kasar. Dari hasil pengujian diperoleh dilakukan perhitungan homogenitas [3], sampel uji profisiensi dikatakan homogen jika $S_s \leq 0,3 \sigma$ (SDPA) [4]. Tujuan dari uji homogenitas adalah untuk mengetahui sampel uji profisiensi berupa urea prill bersifat homogen atau tidak.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah tabung kjeltec, labu ukur 100 mL, digestion unit, pipet 10 mL, gelas ukur 25 mL, neraca analitik, alat nitrogen analyzer FOSS Kjeltec, corong kaca.

Bahan yang digunakan adalah Urea Prill, H_2SO_4 pekat (densitas 1,84), Larutan H_2SO_4 0,1 N standar, H_3BO_3 1%, Larutan NaOH 40%, Indikator conway (0,15 g merah metil – 0,10 g Bromo Cresol Green (BCG) dalam 100 mL etanol).

Prosedur Kerja

1. Preparasi Sampel

Sampel uji profisiensi disiapkan sebanyak peserta yang ikut dalam program uji profisiensi dan 10 sampel untuk uji homogenitas. Untuk sampel uji profisiensi yang akan dikirim dikemas masing-masing sebanyak 70 gram lalu di seal menggunakan alat vakum sealer. Sampel tersebut kemudian masing-masing diberi kode dan diambil 10 kemasan sampel secara random untuk uji homogenitas secara duplo.

2. Pengujian kadar nitrogen urea prill

Sampel urea prill ditimbang dengan teliti sebanyak 0,5 gram dan dimasukkan ke dalam labu kjeldahl, dilakukan dua kali pengerjaan (duplo).

Ditambahkan secara hati-hati 25 mL H₂SO₄ pekat. Lalu didestruksi hingga ± 350 °C selama ± 2 jam sampai larutan jernih. Setelah dingin, diencerkan dengan air suling secara hati-hati dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL lalu tepatkan dengan air suling sampai tanda tera dan kocok sampai larutan homogen (larutan aliquot). Dipipet 10 mL larutan tersebut ke dalam labu destilasi kjeldahl analyzer.

Destilat kemudian didestilasi dengan NaOH 40% menggunakan alat nitrogen analyzer FOSS, lalu larutan hasil destilat ditampung ke dalam asam borat yang mengandung beberapa tetes indikator conway. Selanjutnya dilakukan proses titrasi pada larutan hasil destilasi menggunakan larutan standar H₂SO₄ 0,1 N.

3. Penentuan kadar total nitrogen dalam urea prill

Kadar total nitrogen dalam urea prill dengan rumus berikut:

$$\text{Total Nitrogen \%} = \frac{(V1 - V2) \times N \times 14,008 \times Fp}{W \times 1000} \times 100\%$$

Keterangan:

V1 adalah volume H₂SO₄ 0.1 N yang dipakai pada titrasi contoh, mL

V2 adalah volume H₂SO₄ 0.1 N yang dipakai pada titrasi blanko, mL

N adalah normalitas H₂SO₄ 0.1 N yang dipakai sebagai titran

W adalah bobot contoh, gram

14,008 adalah berat atom (BA) nitrogen

f adalah faktor pengenceran.

4. Metode uji homogenitas berdasarkan ISO 13528

a. Dihitung rata-rata hasil uji siplo dan duplo (X_t) dengan rumus dengan rumus

$$X_{t.} = (X_{t,1} + X_{t,2}) / 2, \text{ dimana hasil uji ke-1 } (X_{t,1}) \text{ dan ke-2 } (X_{t,2}).$$

b. Hitung selisih absolut (W_t) dari hasil simplo dan duplo dengan rumus $W_t = (X_{t,1} - X_{t,2})$.

c. Hitung rata-rata umum (general average) atau dikode dengan X_{r.,} dengan rumus $X_{r.,} = \sum X_t / \text{gram}$, dimana gram adalah jumlah contoh yang digunakan.

d. Hitung standar deviasi dari rata-rata contoh (S_x) dengan rumus:

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum (X_{t.} - X_{r.,})^2}{g - 1}}$$

e. Hitung standar deviasi *within samples* (S_w) dengan rumus:

$$S_w = \sqrt{\frac{\sum w_t^2}{2g}}$$

f. Dan untuk menentukan homogenitas harus diketahui standar deviasi *between samples* (S_s) dengan menggunakan rumus:

$$S_s = \sqrt{S_x^2 - \left(\frac{S_w^2}{2}\right)}$$

g. Sampel dinyatakan homogen, jika $S_s < 0,3 \sigma$, dimana σ merupakan standar deviasi untuk asesmen profisiensi (SDPA), σ dapat ditetapkan melalui CV_{Horwitz}.

h. $CV_{\text{Horwitz}} = 2^{1-0,5 \log C}$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Metode uji kadar nitrogen yang digunakan dalam uji homogenitas terhadap sampel uji profisiensi urea prill yaitu metode kjeldhal analyzer yang melalui tiga

tahap yaitu proses destruksi, proses distilasi dan tahap titrasi sesuai SNI 2801:2010 dimana salah satu syarat mutu pupuk urea dengan kadar nitrogen yaitu minimal 46%. Metode Kjeldhal adalah metode yang digunakan untuk menentukan kadar nitrogen.

Pada tahap destruksi sampel dipanaskan dalam H_2SO_4 pekat, untuk dihancurkan N organik dan anorganik menjadi ammonium sulfat. Fungsi H_2SO_4 yaitu sebagai pengikat nitrogen dan juga menguraikan unsur-unsurnya.

Selanjutnya dari ammonium sulfat dibuat larutan aliquot, lalu dipipet 10 mL dan didistilasi dengan NaOH. Penambahan NaOH berfungsi untuk memberikan suasana basa karena reaksi tidak dapat berlangsung dalam keadaan asam. Pada tahap distilasi ini, ammonium sulfat dipecah menjadi amonia (NH_3) dengan penambahan NaOH dengan alkalis dan dipanaskan dalam alat distilasi.

Dimasukkan larutan sampel yang telah terdestruksi dalam alat destilasi dan ditempatkan di sebelah kiri. Lalu perangkat destilasi berupa pipa kecil panjang dimasukkan ke dalamnya hingga hampir mencapai dasar tabung reaksi sehingga diharapkan proses destilasi akan berjalan maksimal (sempurna). Erlenmeyer yang berisi asam borat 1% yang telah ditambahkan beberapa tetes indikator conway ditempatkan di bagian kanan alat tersebut. Indikator conway ini merupakan indikator yang bersifat amfoter, yaitu bisa bereaksi dengan asam maupun basa. Indikator ini digunakan untuk mengetahui titik akhir gas amonia yang telah terserap yang ditandai dengan perubahan warna larutan hijau kebiruan. Asam borat (H_3BO_3) berfungsi sebagai penangkap NH_3 sebagai distilat berupa gas yang bersifat basa. Supaya amonia dapat ditangkap secara maksimal, ujung alat destilasi diusahakan tercelup semua ke dalam larutan asam standar sehingga dapat ditentukan jumlah nitrogen sesuai dengan kadar nitrogen. Selama proses destilasi, larutan asam borat akan berubah warna biru karena larutan menangkap adanya amonia dalam bahan yang bersifat basa sehingga mengubah warna merah muda menjadi hijau kebiruan. Reaksi dalam destilasi akan berakhir bila amonia yang telah terdistilasi tidak bereaksi basis.

Tahap titrasi yang merupakan tahap terakhir pada urea prill menggunakan larutan standar H_2SO_4 karena pupuk urea merupakan pupuk sintetis yang tergolong ke dalam pupuk anorganik yang hanya mengandung satu unsur hara saja yaitu hara nitrogen yang sangat tinggi. Larutan asam tersebut bereaksi dengan senyawa yang bersifat sintetis dan bersifat toksik serta ketepatan ukuran untuk kadar nitrogen dalam pupuk urea lebih akurat. Berdasarkan pengamatan diperoleh kadar total nitrogen (%N) pupuk urea *prill* pada table 1.

Table 1. Data uji kadar total nitrogen

No.	Kode Sampel	Simplo	Duplo
1.	U-06	46,28	46,35
2.	U-11	46,37	46,39
3.	U-23	46,11	46,25
4.	U-26	46,33	46,34
5.	U-29	46,23	46,25

6.	U-31	46,32	46,29
7.	U-34	46,34	46,23
8.	U-37	46,38	46,39
9.	U-42	46,29	46,36
10.	U-46	46,38	46,25

Berdasarkan data uji kadar total nitrogen pada table 1. diperoleh kadar total nitrogen simplo dan duplo yang telah memenuhi syarat mutu SNI 2801:2010. Setelah didapat kadar total nitrogen simplo dan duplo, dilakukan perhitungan uji homogenitas berdasarkan ISO 13528 apakah sampel uji profisiensi urea prill ini sudah homogen atau belum sebelum dikirimkan kepada peserta uji profisiensi. Data perhitungan uji homogenitas dapat dilihat pada table 2.

Table 2. Data perhitungan uji homogenitas berdasarkan kadar nitrogen sesuai ISO 13528

Kode Sampel	Hasil Uji Kadar (%)		Xt	Xt-Xr	(Xt-Xr) ²	Wt	Wt ²
	1	2					
U-06	46,28	46,35	46,315	0,0085	0,00007225	0,07	0,0049
U-11	46,37	46,39	46,38	0,0735	0,00540225	0,02	0,0004
U-23	46,11	46,25	46,18	-0,1265	0,01600225	0,14	0,0196
U-26	46,33	46,34	46,335	0,0285	0,00081225	0,01	0,0001
U-29	46,23	46,25	46,24	-0,0665	0,00442225	0,02	0,0004
U-31	46,32	46,29	46,305	-0,0015	0,00000225	0,03	0,0009
U-34	46,34	46,23	46,285	-0,0215	0,00046225	0,11	0,0121
U-37	46,38	46,39	46,385	0,0785	0,00616225	0,01	1E-04
U-42	46,29	46,36	46,325	0,0185	0,00034225	0,07	0,0049
U-46	46,38	46,25	46,315	0,0085	0,00007225	0,13	0,0169
		Xr:	46,3065	Σ :	0,0337525	Σ :	0,0603
				Sx:	0,061239512	Sw:	0,054909016
				Sx²:	0,003750278	Sw²:	0,003015
						Sw²/2:	0,0015075
						Sx² - (Sw²/2):	0,002242778
						Ss:	0,047357975

Table 3. Data perhitungan SDPA

Parameter	Ss	CV _{Horwitz}	S _{Horwitz}	SDPA	Kesimpulan
Nitrogen	0,047357975	2,245695947	1,039903194	0,311970958	Homogen

Seperti disebutkan di atas bahwa sampel dinyatakan homogen apabila nilai $Ss \leq 0,3 \sigma$. Dalam kasus ini nilai σ bisa dihitung melalui $CV_{Horwitz}$ dengan rumus $CV_{Horwitz} = 2^{1-0,5 \log C}$. C adalah konsentrasi nitrogen yang diukur yaitu 46,3065% atau 0,463065 sehingga diperoleh nilai $0,3 \times \sigma$ yaitu 0,311970958. Hasil perhitungan data uji homogenitas kadar nitrogen diperoleh nilai $Ss = 0,047357975$ yang berarti sampel urea prill ini dinyatakan homogen karena $Ss \leq 0,3 \sigma$ yaitu



$0,047357975 \leq 0,311970958$ sehingga sampel urea prill ini layak digunakan sebagai sampel uji profisiensi karena sudah homogen.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisa kadar total nitrogen (%N) yang didapatkan menggunakan metode Kjeldahl pada pupuk urea prill yaitu rata-rata sebesar 46% yang telah memenuhi syarat mutu SNI 2801-2010. Hasil perhitungan uji homogenitas pengukuran kadar nitrogen dari sampel uji profisiensi urea prill laboratorium pengujian produk PT. Pupuk Sriwidjaja Palembang menunjukkan bahwa nilai standar deviasi between-samples $\leq 0,3 \sigma$ (SDPA) yaitu $0,047357975 \leq 0,311970958$ maka sampel uji profisiensi urea prill dinyatakan bersifat homogen yang layak digunakan sebagai sampel uji profisiensi.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] S. Suciati, D. P. Utami, and N. P. A. Arsini, "Uji Homogenitas Tepung Ikan Pada Sampel Uji Banding Antar Laboratorium Di Balai Besar Riset Budidaya Laut Dan Penyuluhan Perikanan," *Bul. Tek. Litkayasa Akuakultur*, vol. 18, no. 2, p. 139, 2020, doi: 10.15578/blta.18.2.2020.139-143.
- [2] U. J. I. Homogenitas and D. A. N. Uji, "PENGUJIAN PERSYARATAN ANALISIS," vol. 7, no. 1, pp. 50-62, 2020.
- [3] D. Amalia and R. Fajri, "Analisis Kadar Nitrogen Dalam Pupuk Urea Prill Dan Granule Menggunakan Metode Kjeldahl Di Pt Pupuk Iskandar Muda," *Quim. J. Kim. Sains dan Terap.*, vol. 2, no. 1, pp. 28-32, 2020, doi: 10.33059/jq.v2i1.2639.
- [4] A. Asiah, "Pemetaan Kompetensi Laboratorium Lingkungan Melalui Program Uji Profisiensi Logam Berat Dalam Air Bersih," *J. Ecolab*, vol. 11, no. 2, pp. 82-91, 2017, doi: 10.20886/jklh.2017.11.2.82-91.
- [5] M. Yusmayanti and A. P. Asmara, "ANALISIS KADAR NITROGEN PADA PUPUK UREA," vol. 1, no. 1, pp. 28-34, 2019.
- [6] S. Ts *et al.*, "CRM CERIUM OKSIDA a . Bahan-bahan digunakan : penelitian yang," pp. 57-65, 2016.
- [7] S. N. Indonesia and B. S. Nasional, "Pupuk urea," 2010.