



Uji Homogenitas Terhadap Bahan Uji Profisiensi Urea Prill Dengan Parameter Biuret

Redindi Sanistia¹, Dwi Fitri Yani^{1*}, Mufty Hakim²

¹*Kimia, Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Raden Fatah Palembang, Indonesia*

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

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

Abstract. *The testing laboratory shall monitor the performance of the test by comparing the test results of other laboratories, as an external quality assurance. Preliminary tests such as homogeneity test and stability test. This study aims to ensure the validity of the test results as outlined through a proficiency test (homogeneity test) with a sampel test conducted in duplicate. Homogeneity test according to ISO 13528 is to prepare and pack proficiency test samples and take at random at least 10 packages per pack of sample making. Homogeneity test of urea Prill Fertilizer samples from PT.Pupuk Sriwidjaja using biuret analysis parameters, and UV-Vis spectrophotometer instrument. The result of the analysis of urea prill using the biuret analysis parameters meet the quality requirements of SNI 2801-2010, which is below 1,2% in the range of results obtained are 0,33 , 0,34 , 0,35 , 0,36. Sample of urea prill as a proficiency test material was declared homogeneous with value of $S_s \leq 0,3$ SDPA, the results obtained from this study were $S_s 0,004773 \leq 0,004871$ SDPA homogeneous sample.*

Keyword: *urea fertilizer; proficiency; homogeneity; biuret*

Abstrak. Laboratorium pengujian harus memantau kinerja pengujian dengan membandingkan hasil uji laboratorium lain, sebagai jaminan mutu eksternal. Uji pendahuluan seperti uji homogenitas dan uji stabilitas. Penelitian ini bertujuan untuk memastikan keabsahan hasil pengujian yang dituangkan melalui uji profisiensi (uji homogenitas) dengan sampel pengujian yang dilakukan secara duplo. Uji homogenitas menurut ISO 13528 yaitu melakukan penyiapan dan pengemasan contoh uji profisiensi dan diambil secara random minimal 10 kemasan per bungkus pembuatan sampel. Uji homogenitas terhadap Urea Prill sampel Pupuk dari PT.Pupuk Sriwidjaja menggunakan parameter analisis Biuret, dan instrumen spektrofotometer UV-Vis. Hasil analisa dari pupuk urea prill dengan menggunakan parameter analisis biuret memenuhi syarat mutu SNI 2801-2010 yaitu, dibawah 1,2% dalam rentang hasil yang didapatkan adalah 0,33, 0,34, 0,35, 0,36. Sampel pupuk urea prill sebagai bahan uji profisiensi dinyatakan homogen dengan nilai $S_s \leq 0,3$ SDPA, hasil yang diperoleh dari penelitian ini adalah $S_s 0,004773 \leq 0,004871$ SDPA sampel homogen.

Kata kunci: pupuk urea; profisiensi; homogenitas; biuret

PENDAHULUAN

PT Pupuk Sriwidjaja Palembang (Pusri) merupakan perusahaan yang didirikan sebagai pelopor produsen pupuk urea di Indonesia pada tanggal 24 Desember



1959 di Palembang Sumatera Selatan. PT Pupuk Sriwidjaja ini memulai operasional usaha dengan tujuan utamanya untuk melaksanakan program pemerintah dibidang ekonomi dan pembangunan nasional, khususnya di bagaian industri pupuk kimia. Pusri bertanggung jawab dalam melaksanakan distribusi dan pemasaran pupuk bersubsidi kepada petani sebagai bentuk pelaksanaan *Public Service Obligation* (PSO) untuk mendukung program pangan nasional dengan memprioritaskan produksi dan pendistribusian pupuk bagi petani diseluruh wilayah Indonesia. Pupuk urea non subsidi diperjualbelikan untuk memenuhi kebutuhan pupuk sektor perkebunan (Persero,2016).

Pupuk memegang peran penting dalam mempertahankan produktivitas tanah dan mencegah penurunan unsur hara. Ketersediaan unsur hara ini sangat penting bagi proses metabolisme tanaman, karena memicu peningkatan proses pembelahan sel pada jaringan tanaman. Unsur hara yang dominan dalam kesuburan tanah diantaranya, Nitrogen (N), Fosfor (P) dan Kalium (K). Nitrogen (N) merupakan nutrient yang paling penting dan produktifitasnya tinggi. Urea adalah pupuk yang mengandung Nitrogen sekitar 45-46 %. Sifatnya yang mudah larut menjadikan urea cepat tersedia bagi tanaman. Urea adalah suatu senyawa organik yang terdiri dari unsur karbon, hydrogen, oksigen dan nitrogen dengan rumus $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ (Pusri, 2013).

Laboratorium pengujian harus memantau kinerja pengujian dengan membandingkan hasil uji laboratorium lain, sebagai jaminan mutu dengan melakukan Uji pendahuluan seperti uji homogenitas dan uji stabilitas. Hal ini telah sesuai dengan persyaratan Sistem Manajemen Laboratorium dalam SNI/IEC 17025:2017 bahwa setiap seluruh laboratorium penguji harus mengikuti uji banding antar laboratorium atau uji profesiensi supaya hasil pengujian sesuai dengan ketentuan persyaratan. Salah satu syarat sampel telah layak digunakan sebagai sampel uji banding adalah sampel harus homogen, dengan cara melakukan uji homogenitas[1].

Uji homogenitas adalah suatu prosedur uji statistik yang bertujuan untuk memperlihatkan bahwa dua atau lebih kelompok data sampel yang telah diambil berasal dari populasi yang memiliki variansi yang sama[2]. Dengan kata lain, uji homogenitas dilakukan untuk mengetahui bahwa himpunan data yang sedang diteliti memiliki karakteristik yang sama atau tidak. Sebelum menghitung homogenitasnya dilakukan uji biuret yang bertujuan untuk mengetahui kadar biuret yang ada pada pupuk urea prill untuk keperluan menghitung uji homogenitas [3]. Uji homogenitas menurut ISO 13528 yaitu melakukan penyiapan dan pengemasan contoh uji profesiensi (UP) dan diambil secara random minimal 10 kemasan per batch pembuatan dari 10 kemasan yang terpilih bagi 2 setiap kemasan untuk keperluan analisis duplo[4]. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menjelaskan penyiapan contoh uji profesiensi dengan memastikan bahan uji telah homogen.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah spektrofotometer Uv-Vis, labu ukur 50 mL, 200 mL, dan 1000 mL, botol timbang, neraca analitik, pipet volumetric 10 mL dan 20 mL, kertas saring, corong kaca, alat vakum sealer. Bahan yang digunakan adalah

larutan tembaga (II) sulfat, larutan kalium natrium tartat, air demin, sampel Pupuk urea prill

Preparasi Sampel

Sampel uji disiapkan sebanyak peserta yang ikut serta dalam program uji profesiensi dan 10 sampel disiapkan untuk uji homogenitas. Untuk penelitian ini sampel yang akan dikirim dikemas sebanyak 50 bungkus dengan berat masing-masing 70 gram lalu di seal dengan alat vakum sealer. Lalu setiap masing-masing sampel yang telah di kemas diberi kode dan di ambil secara random setiap kemasan sampel untuk uji homogenitas secara duplo.

Analisa Kadar Biuret pada Pupuk Urea

Ditimbang 10 gram contoh urea, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 200 ml dan diencerkan sampai tanda batas dengan menggunakan air demin, kemudian dikocok dan disaring, dengan kertas saring. Larutan dimasukkan sebanyak 20 ml ke dalam labu ukur 50 ml kemudian ditambahkan 10 ml kalium natrium tartrat dan 10 ml tembaga (II) sulfat kemudian diencerkan sampai tanda batas dan dikocok. Selanjutnya larutan didiamkan selama 30 menit. Untuk blanko menggunakan 10 ml air demin dan pereaksi kalium natrium tartat dan tembaga (II) sulfat diencerkan sampai tanda batas. Selanjutnya larutandilakukan pengukuran dengan spektrofotometer uv-vis pada rentang panjang gelombang 530 nm sampai dengan 550 nm menggunakan cuvet 4,0 cm. Dihitung kadar biuret dengan menggunakan rumus :

$$\text{Biuret (\%)} = \frac{\text{Abs} \times F \times 100}{w \times 1000} \quad [5].$$

Metode Uji Homogenitas berdasarkan ISO 13528

- Dihitung rata-rata hasil uji siplo dan duplo (X_t) dengan rumus dengan rumus $X_{t,} = (X_{t,1} + X_{t,2})/2$, dimana hasil uji ke-1 ($X_{t,1}$) dan ke-2 ($X_{t,2}$).
- Hitung selisih absolut (W_t) dari hasil simplo dan duplo dengan rumus $W_t = (X_{t,1} - X_{t,2})$.
- 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.
- Hitung standar deviasi dari rata-rata contoh (S_x) dengan rumus:

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

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

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

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

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

- Sampel dinyatakan homogen, jika $S_s < 0,3 \sigma$, dimana σ merupakan standar deviasi untuk asesmen profesiensi (SDPA), σ dapat ditetapkan melalui CV_{Horwitz} .
- $CV_{\text{Horwitz}} = 2^{1-0,5 \log C}$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Table 1. Hasil analisis biuret dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis

No	Kode sampel	Absorbansi		Kadar biuret (%)		Kadar rata-rata biuret (%)
1.	U-06	0,043	0,043	0,34	0,33	0,346
2.	U-11	0,044	0,044	0,35	0,36	
3.	U-23	0,043	0,044	0,33	0,36	
4..	U-26	0,044	0,044	0,36	0,36	
5.	U-29	0,044	0,044	0,34	0,35	
6,	U-31	0,044	0,044	0,33	0,35	
7.	U-34	0,043	0,043	0,34	0,34	
8.	U-37	0,044	0,044	0,36	0,36	
9.	U-42	0,044	0,043	0,36	0,33	
10.	U-46	0,043	0,043	0,34	0,33	

Berdasarkan data pada table 1 diatas, dapat dilihat bahwa hasil yang diperoleh dari analisa biuret pada pupuk urea prill adalah dengan kadar 0,346 % yang dihitung menggunakan rumus Biuret (%) = $\frac{\text{Abs} \times F \times 100}{w \times 1000}$. Nilai absorbansi ini akan bergantung pada kadar zat yang terkandung di dalamnya. Semakin banyak kadar dari zat yang terkandung dalam sampel maka semakin banyak molekul yang akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu sehingga nilai absorbansi semakin besar. Dengan kata lain nilai absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasi zat yang terkandung di dalam sampel. Dalam hal ini nilai absorbansi pada sampel urea prill menunjukkan bahwa semakin tinggi nilai absorbansinya maka semakin tinggi nilai kadar biuretnya. Menurut Badan Standart Nasional (SNI) pada urea prill (butiran) kadar biuret maksimum adalah 1,2% dan pada urea bentuk granular (gelintiran) kadar biuret maksimum adalah 1,5%. Pada penelitian ini rata-rata kadar biuret yang diperoleh adalah 0,346% artinya lebih kecil dari 1,2%, Dede Ibrahim 2018 mengatakan bahwa kadar biuret pada sampel pupuk urea prill dengan kadar dibawah 1,2% masih dapat diltoleransi untuk beberapa jenis tanaman yang membutuhkannya terutama bagus untuk tanaman jenis pohon kopi dan jeruk. Kadar biuret yang didapatkan sudah memenuhi syarat mutu pupuk urea SNI 2801-2010. Setelah diperoleh kadar total biuret dari analisis duplo selanjutnya dilakukan perhitungan uji homogenitas berdasarkan ISO 13528 untuk memastikan sampel uji profesiensi urea prill sudah homogen. Data perhitungannya dapat dilihat pada table 2 dan 3 .

Table 2. Data Hasil Perhitungan uji Homogenitas berdasarkan kadar biuret sesuai ISO 13528

Kode sampel	Hasil uji kadar (%)		Xt	Xt-Xr	(Xt-Xr) ²	Wt	Wt ²
	1	2					
U-06	0,34	0,33	0,335	-0,011	0,000121	-0,01	0,0001
U-11	0,35	0,36	0,355	0,009	8,1E-05	0,01	0,0001
U-23	0,33	0,36	0,345	-0,001	0,000001	0,03	0,0009
U-26	0,36	0,36	0,36	0,014	0,000196	0	0
U-29	0,34	0,35	0,345	-0,001	0,000001	0,01	1E-04
U-31	0,33	0,35	0,34	-0,006	3,6E-05	-0,02	0,0004
U-34	0,34	0,34	0,34	-0,006	3,6E-05	0	0
U-37	0,36	0,36	0,36	0,014	0,000196	0	0
U-42	0,36	0,33	0,345	-0,001	0,000001	-0,03	0,0009
U-46	0,34	0,33	0,335	-0,011	0,000121	0,01	0,0001
		Xr :	0,346	∑:	0,00079	∑w:	0,0026
				Sx:	0,009368	Sw:	0,01140
				Sx ² :	0,0000876	Sw ² :	0,00013
						Sw ² /2 :	0,00006498
						Sx ² - (Sw ² /2):	0,00002262
						Ss:	0,00476

Berdasarkan table 2 diatas, didapat bahwa nilai uji homogenitas yang dihitung diperoleh nilai $S_x = 0,009368$, $S_w = 0,01140$ dan nilai $S_s = 0,00476$ yang mana hasilnya adalah dari perhitungan data kadar biuret. Nilai ini kemudian diperlukan untuk mencari nilai SDPA. Menurut ketentuan ISO 13528 ada banyak cara yang dilakukan untuk menetapkan nilai SDPA salah satunya adalah melalui $C_{VHorwitz}$ dapat dilihat pada table 3. Analisa biuret yang dilakukan ini bertujuan untuk mengetahui dan menghitung uji homogenitas melalui kadar biuret yang diperoleh, dan sampel Uji Profesiensi(UP) yang akan dikirim ke peserta harus dalam keadaan homogen untuk itu dilakukan uji homogenitas agar memastikan sampel uji yang dikirimkan ke peserta UP sudah homogen, untuk itu juga dapat memastikan apabila ada perbedaan hasil di peserta bukan disebabkan oleh penyiapan sampel melainkan murni dari kesalahan peserta UP. Karena uji homogenitas ini adalah untuk memberi keyakinan bahwa data yang diperoleh dari serangkaian analisis memang berasal dari produk yang sama ,yang mana tidak memiliki perbedaan hasil dari produk yang sama antara peserta UP sehingga dapat menjamin mutu kualitas hasil uji Laboratorium Pengujian Produk PT.Pupuk Sriwidjaja Palembang.

Table 3. Data Hasil perhitungan SDPA

Paramater	Ss	CvHorwitz	Shorwitz	SDPA	Kesimpulan
Biuret	0,0047	1,6237	0,016237	0,004871	Homogen



Seperti yang dilihat pada table diatas bahwa sampel urea prill dinyatakan bersifat homogen apabila nilai $S_s \leq 0,3 \sigma(SDPA)$ Nilai S_s (between-samples standard deviation) ini adalah nilai yang diperoleh dari data uji homogenitas pada table 2. Untuk mengetahui sampel bersifat homogen Nilai S_s akan dibandingkan dengan nilai SDPA yang diperoleh dari perhitungan $CV_{Horwitz}$. SDPA(Standard Deviation for Proficiency assessment) adalah nilai standar deviasi untuk Uji Profisiensi, untuk metode perhitungan uji homogenitas lebih jelas dapat dilihat pada cara kerja berdasarkan ISO 13528. Nilai $CV_{Horwitz} = 1,6237$ kemudian dibagi 100 dan hasilnya adalah menjadi nilai $S_{Horwitz} 0,016237$ lalu dikalikan dengan 0,3 diperoleh nilai 0,004871 ini merupakan nilai hasil yang disebut dengan SDPA. Hasil perhitungan data uji homogenitas kadar biuret jika dibandingkan didapat nilai $S_s = 0,00476$ yang berarti sampel urea prill ini dinyatakan homogen karena $S_s \leq \sigma$ yaitu $0,00476 \leq 0,004871$ sehingga sampel urea prill layak digunakan sebagai sampel uji profisiensi karena bersifat homogen.

KESIMPULAN

Berdasarkan analisis yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa. Hasil analisa dari urea prill dengan menggunakan kadar biuret memenuhi syarat mutu SNI 2801-2010 yaitu dibawah 1,2% dengan rata-rata kadar yang diperoleh adalah 0,346%. Sampel urea prill sebagai bahan uji profisiensi dinyatakan homogen yaitu nilai S_s yang diperoleh $0,004773 \leq 0,004871$ (SDPA) sehingga sampel siap untuk dikirim ke masing-masing peserta 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] J. Kantasubrata, "Uji profisiensi laboratorium pengujian menurut iso/iec 17043:2010," 2010.
- [3] I. Mayesi, "Penentuan Kadar Biuret pada Pupuk Urea Prill di PT. Iskandar Muda," *Quim. J. Kim. Sains dan Terap.*, vol. 2, no. 2, pp. 23–26, 2020, doi: 10.33059/jq.v2i2.2641.
- [4] U. Homogenitas, "Program Uji Profisiensi".
- [5] "SNI ISO 13528-2016 pass 07875DSP (1).pdf."