

VERIFIKASI METODE PENETAPAN KADAR NITROGEN DALAM PUPUK DIAMONIUM FOSFAT (DAP)

Yusna Iin Frantina¹, Yahmin², dan Annisa³

^{1,2}Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Malang

³PT Pupuk Kalimantan Timur

E-mail: yusnain@gmail.com; yahmin.fmipa@um.ac.id; annisa@pupukkaltim.com

Abstrak: Pupuk Diamonium Fosfat (DAP) merupakan salah satu bahan baku pembuatan pupuk NPK di PT Pupuk Kalimantan Timur. Penelitian ini bertujuan untuk verifikasi metode penetapan kadar nitrogen dalam Diamonium Fosfat (DAP). Prinsip metode ini meliputi destruksi, distilasi dan titrasi. Metode dan peralatan yang digunakan untuk analisis harus melewati proses validasi dan verifikasi sehingga didapatkan data yang valid. Untuk mempercepat proses penetapan maka digunakan alat distilasi *Vapodest 450 merk Gerhardt*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai presisi yang diperoleh kurang dari 2/3% KV Horwitz, akurasi pada SRM $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ yang diperoleh sebesar 99,85% - 100,94% dan nilai perolehan kembali pada campuran sampel dan standar diperoleh sebesar 99,93% - 101,55%, serta nilai koefisien korelasi sebesar 1 merupakan hasil yang baik sesuai dengan syarat keberterimaan yang tercantum dalam WI-LAB-005. Estimasi ketidakpastian bentangan kadar nitrogen dalam pupuk diamonium fosfat (DAP) sebesar $18,05\% \pm 1,54\%$.

Kata kunci: Nitrogen, Pupuk Diamonium Fosfat (DAP), alat distilasi *Vapodest 450 merk Gerhardt*

Abstract: Diammonium Phosphate (DAP) fertilizer is one of the raw materials for NPK fertilizer manufacture at PT Pupuk Kalimantan Timur. This research aims to verify the method of nitrogen levels determination in Diammonium Phosphate (DAP) fertilizer. The principles of this method include destruction, distillation and titration. The methods and equipment used to analysis must be passed through the validation and verification process, so that the data is obtained. To accelerate the determination process then used the distilled tool *Vapodest 450 Gerhardt*. The results showed that the precision value obtained less than 2/3% CV Horwitz, the accuracy in SRM $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ obtained at 99.85%-100.94% and the value of recovery obtained at 99.93%-101.55%, as well as the value of the correlation coefficient equal 1 that is a good outcome in accordance with the acceptance conditions listed in WI-LAB-005. Uncertainty estimation of nitrogen levels in Diammonium Phosphate (DAP) fertilizer is $18,05\% \pm 1,54\%$.

Keywords: Nitrogen, Diammonium Phosphate (DAP) fertilizer, distilled tool *Vapodest 450 brand Gerhardt*

PENDAHULUAN

PT Pupuk Kalimantan Timur sebagai anak perusahaan dari PT Pupuk Indonesia (Persero) saat ini memproduksi 3,43 juta ton urea per tahun, 350 ribu ton NPK per tahun dan amoniak 2,74 juta ton per tahun menjadikannya sebagai produsen urea terbesar di Indonesia.. PT Pupuk Kalimantan Timur memiliki Departemen Laboratorium yang salah satu seksinya adalah Laboratorium Uji Kualitas berfungsi sebagai *quality control* untuk bahan baku, bahan proses, maupun produk-produk yang dihasilkan. Salah satu tugas utama Laboratorium Uji Kualitas PT. Pupuk Kalimantan Timur adalah menganalisis bahan baku dalam pembuatan

pupuk NPK yaitu Pupuk Diamonium Fosfat (DAP) sebagai sumber nitrogen dan fosfor, sesuai dengan prosedur SNI 02-2858-2005. Berdasarkan hal tersebut diperlukan verifikasi metode penetapan kadar nitrogen dalam pupuk diamonium fosfat (DAP) untuk mengetahui validitas hasil analisis yang diperoleh.

METODE

Sampel yang digunakan adalah pupuk diamonium fosfat, bahan baku pembuatan pupuk NPK di PT Pupuk Kalimantan Timur. Verifikasi dilakukan sesuai prosedur SNI 02-2858-2005 menggunakan metode *Kjeldahl* dengan alat distilasi *Vapodest 450 merk Gerhart*. Parameter yang diteliti meliputi linearitas, presisi, akurasi, perolehan kembali dan perhitungan nilai ketidakpastian pengukuran.

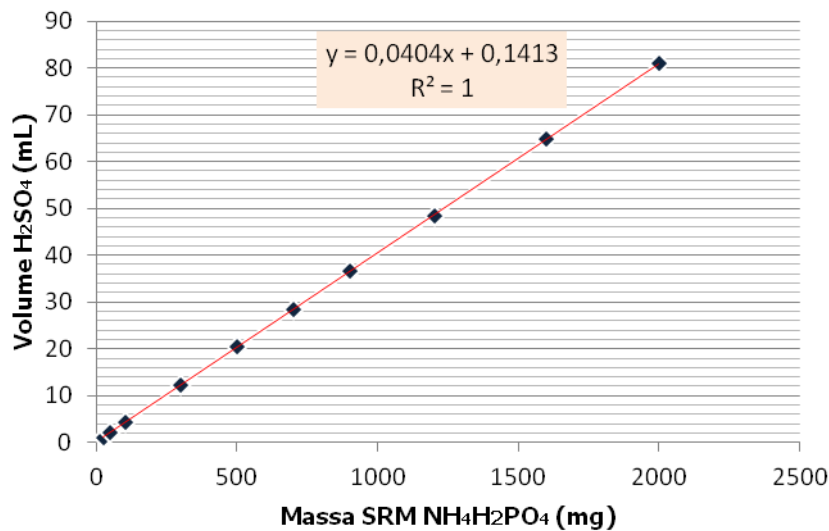
Sampel DAP dan atau SRM $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dimasukkan dalam labu Kjeldahl dengan penambahan katalis selenium untuk selanjutnya didestruksi dengan suhu 300°C . Larutan hasil destruksi dimasukkan dalam labu destilasi kemudian ditambah NaOH berlebih dengan penampung H_3BO_3 2% pada alat destilasi yang sudah ditambah indikator BCG 0,1% dan MM 0,15g masing-masing 3 tetes. Destilat yang diperoleh selanjutnya dititrasi dengan H_2SO_4 hingga larutan berubah warna dari hijau menjadi merah muda.

HASIL

Data hasil uji linearitas SRM $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ditampilkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Uji Linearitas SRM $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

No	Massa SRM $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (mg)	Volume titran (mL)
1	25,2	1,13
2	50,4	2,2
3	103,7	4,37
4	300,9	12,25
5	500,5	20,47
6	700,1	28,47
7	900,3	36,5
8	1200,9	48,53
9	1600	64,77
10	2000	81,07



Gambar 1. Kurva Linearitas SRM NH₄H₂PO₄

Hasil uji Presisi keterulangan sampel pupuk diamonium fosfat (DAP) dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Uji Presisi Keterulangan Sampel Pupuk Diamonium Fosfat (DAP)

No	Massa Contoh (mg)	Kadar N (%)
1	205,1	17,90
2	193,0	18,10
3	200,8	17,99
4	195,7	18,01
5	214,3	17,96
6	205,2	18,04
7	207,5	17,98
8	202,9	18,05
9	206,4	18,22
10	201,2	18,29
	Rata-rata	18,06
	SD	0,1205
	%RSD	0,67
	2/3 %KV Horwitz	1,73

Data hasil uji Presisi kereproduksi sampel pupuk diamonium fosfat (DAP) ditampilkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Uji Presisi Kereproduksiian Sampel Pupuk Diamonium Fosfat (DAP)

No	Massa Contoh (mg)	Kadar Contoh (%N)
1	200,8	17,99
2	195,7	18,01
3	214,3	17,96
4	207,5	17,98
5	205,9	18,22
6	201,7	18,13
7	200,2	17,97
8	201,5	17,63
9	200,6	17,71
10	206,8	17,71
	Rata-rata	17,93
	SD	0,1890
	%RSD	1,05
	2/3 %KV	1,73

Data hasil uji akurasi SRM $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ditampilkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil Uji Akurasi SRM $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

No	Massa contoh (mg)	Kadar Nitrogen yang diperoleh (%)	Kadar Nitrogen seharusnya (%)	Akurasi
1	102,9	12,17	12,15	100,18
2	100,2	12,26		100,94
3	104,4	12,20		100,38
4	108,3	12,22		100,60
5	100,8	12,19		100,34
6	102,6	12,21		100,48
7	101,9	12,21		100,45
8	102,8	12,19		100,28
9	100,8	12,13		99,85
10	103,8	12,18		100,26
	Rata-rata	12,20	12,15	100,38

Data hasil uji perolehan kembali sampel diamonium fosfat (DAP) dalam SRM $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ditampilkan pada Tabel 5.

Tabel 5. Hasil Uji Perolehan Kembali Sampel Diamonium Fosfat (DAP) dalam SRM $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

No	Massa nitrogen dalam DAP (mg)	Massa nitrogen dalam SRM (mg)	Massa nitrogen campuran (mg)	Perolehan Kembali (%)
1	36,54	6,33	42,94	101,21
2	36,51	6,24	42,79	100,79
3	36,06	6,74	42,64	99,95
4	36,51	6,74	43,23	99,93
5	36,63	6,36	43,08	101,55
6	36,04	6,3	42,34	100,17
7	35,90	6,26	42,19	100,87
8	35,81	6,26	42,14	101,36
9	36,08	6,56	42,64	100,24
10	36,13	6,35	42,49	100,32
Rata-rata				100,64

Data hasil rekaitulasi perhitungan nilai ketidakpastian pengukuran penetapan kadar Nitrogen dalam pupuk Diamonium Fosfat (DAP) ditampilkan pada Tabel 6.

Tabel 6. Rekapitulasi Ketidakpastian Penetapan Kadar Nitrogen dalam Pupuk Diamonium Fosfat (DAP)

Simbol	Uraian	Satuan	Nilai (x)	Ketidakpastian baku (μx)	Ketidakpastian baku relatif ($\mu\text{x}/\text{x}$)
Vc	Volume H_2SO_4 (contoh)	mL	12	0,008421	0,000687
Vb	Volume H_2SO_4 (blanko)	mL	0,1	0,004250	0,042500
BEc N	Berat ekivalen N (contoh)	mg/mgrek	14,007	0,000115	0,000008
Nc H_2SO_4	Normalitas H_2SO_4 (contoh)	mgrek/m	0,2114	0,000054	0,000528
Wc	Berat Contoh	L	195,70	0,176777	0,000903
Presisi	Presisi Metode	mg			0,006676
		-			
V H_2SO_4	Volume H_2SO_4	mL	39,30	0,005000	0,000127
BE	Berat ekivalen Na_2CO_3	mg/mgrek	53,00	0,000348	0,000006
Na_2CO_3	Berat Na_2CO_3	mg	440,22	0,098995	0,000225
W Na_2CO_3					

Dari hasil perhitungan didapatkan nilai estimasi ketidakpastian $18,05\% \pm 1,54\%$ dengan tingkat kepercayaan 95%.

PEMBAHASAN

Verifikasi penetapan kadar nitrogen dalam pupuk Diamonium Fosfat (DAP) dilakukan dengan 4 parameter dan pengulangan masing-masing sebanyak 10x. Berdasarkan hasil pengukuran standar nitrogen dengan metode *Kjeldahl* menggunakan alat destilasi *Vapodest 450 merk Gerhardt* diperoleh persamaan garis regresi linear $Y=0,0404x + 0,1413$ dengan Y

sebagai massa SRM $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dan x sebagai volume H_2SO_4 yang dibutuhkan untuk titrasi hasil distilasi dengan nilai koefisien korelasi sebesar 1, telah sesuai dengan persyaratan dalam dokumen WI-LAB-005 yaitu $r \geq 0,99$.

Rata-rata kadar nitrogen dalam pupuk Diamonium Fosfat (DAP) hasil uji keterulangan dan kereproduksi yang ditunjukkan pada Tabel 2 dan Tabel 3 berturut-turut 18,06% dan 17,93% dengan %RSD < 2/3%KV Horwitz yaitu $0,67\% < 1,73\%$ dan $1,05\% < 1,73\%$ sehingga dapat dikatakan bahwa metode *Kjeldahl* dengan alat distilasi *Vapodest 450 merk Gerhardt* memiliki keterulangan dan kereproduksi yang baik untuk menganalisa kadar nitrogen dalam Diamonium Fosfat (DAP).

Berdasarkan WI-LAB-005 rentang standar yang diperbolehkan sebesar 95% - 102%, sehingga dapat dikatakan bahwa metode *Kjeldahl* dengan alat distilasi *Vapodest 450 merk Gerhardt* memiliki akurasi yang baik untuk penentuan kadar nitrogen dalam Diamonium Fosfat (DAP) karena rentang akurasi yang ditunjukkan pada Tabel 4 dan perolehan kembali yang ditunjukkan pada Tabel 5 berturut-turut sebesar 99,86% - 100,94% dan 99,93% - 101,55% masih berada pada rentang akurasi WI-LAB-005 yang diperbolehkan.

Hasil rekapitulasi ketidakpastian penetapan kadar nitrogen dalam pupuk Diamonium Fosfat (DAP) pada Tabel 5 menunjukkan volume H_2SO_4 pada blanko merupakan komponen penyumbang nilai ketidakpastian terbesar yaitu sebesar 0,042500, dan dari hasil perhitungan didapatkan nilai estimasi ketidakpastian $18,05\% \pm 1,54\%$ dengan tingkat kepercayaan 95%.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Dari hasil kelima parameter uji yang dilakukan, metode penetapan kadar nitrogen dalam pupuk Diamonium Fosfat (DAP) yang digunakan oleh PT Pupuk Kalimantan memberikan hasil yang valid dan telah memenuhi aturan yang tercantum dalam WI-LAB-005.

Saran

Verifikasi sebaiknya ditambah dengan parameter uji yang lain dan tetap dilakukan secara berkala untuk menjaga performa instrumen sehingga diperoleh data yang valid.

Daftar Rujukan

- Annisa. 2013. *Validasi Metode Penetapan Nitrogen dalam Pupuk Urea dengan Metode Kjeldahl menggunakan Indikator Titik Akhir Titrasi secara Potensiometri dan Kalorimetri*. Sekolah Tinggi MIPA Bogor
- Hidayat, A., 1999. *Validasi Metode Analisis Kimia*. Buletin AgroBio 2(2):22-28. Balai penelitian Bioteknologi Tanaman Pangan. Bogor. Hlm. 22-24
- International plant nutrition institute (IPNI). 4T Hara Tanaman. (Online), <https://www.ipni.net/publication/> diakses pada tanggal 6 Agustus 2019
- Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Tahun 2001 *Pupuk Budidaya Tanaman*. 19 Februari 2001. Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 2001 Nomor 14. Jakarta.

Prosiding

Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya (SNKP) 2019

Malang, 03 November 2019

- Purwanto, I., dkk.* 2015. Menghitung Takaran Pupuk untuk Percobaan Kesuburan Tanah. (Online), <http://balittanah.litbang.pertanian.go.id/> diakses pada tanggal 6 Agustus 2019
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji: sesuai dengan ISO/IEC17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: Deepublish.
- SNI 02-2858-2005. *Pupuk Diamonium Fosfat*. Badan Standardisasi Nasional (BSN)
- SNI ISO 9000:2008. *Sistem manajemen mutu --Dasar-dasar dan kosakata*. Badan Standardisasi Nasional (BSN)
- Tunjung. 2010. *Analisis Efisiensi Persediaan Bahan Baku Kedelai Pada Perusahaan Kecap PT Lombok Gandaria Food Industry Parung Karanganyar*. Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
- WI-LAB-005. 2018. *Instruksi Kerja Validasi/Verifikasi Metode Pengujian*. PTPupuk Kalimantan timur