

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Balai Peningkatan Mutu dan Keamanan Pangan (BPMKP) dan Laboratorium Kimia Universitas Setia Budi pada bulan Juni hingga Juli tahun 2024.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat Penelitian

Alat – alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg; gelas piala 500 ml; oven; desikator; cawan porselin; tanur; labu digestion; block digester; labu ukur 50 ml atau 100 ml; labu kjeldahl; buret dan klem; erlenmeyer; kertas saring; tabung kimia volume 20 ml; pipet volume 1 ml dan 10 ml; vortex mixer; spektrofotometer visibel; dan spektrofotometer serapan atom (SSA).

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu sampel pupuk organik padat, Air suling atau air bebas ion, H₂SO₄ p.a (95-98%), Asam Salisilat, Natrium Tiosulfat, Asam Borat 1%, Indikator Conway, NaOH 40%, HNO₃ p.a. 65 %, HClO₄ p.a. 70 %, Larutan standar induk P 2.000 mg/l, Larutan standar P 500 mg/l, Larutan standar induk K 1.000 mg/l, Larutan standar K 100 mg/l, Larutan standar kerja P konsentrasi 2 mg/l; 4 mg/l; 8 mg/l; 12 mg/l; 16 mg/l; 20 mg/l; 24 mg/l; dan 28 mg/l, Larutan standar kerja K konsentrasi 0,5 mg/l; 1 mg/l; 2 mg/l; 3 mg/l; 4 mg/l; dan 5 mg/l, dan Pereaksi fosfat molibdat.

3.3 Populasi Sampel

Sampel pupuk organik padat yang digunakan yaitu pupuk organik padat yang dijual di pasaran di daerah Pasar Nongko, Surakarta.

3.4 Teknik Pengambilan Sampel

Sampel pupuk organik padat yang dijual di pasaran diambil sebanyak 3 sampel di daerah Surakarta dengan memilih toko yang memiliki jenis pupuk organik padat beraneka ragam yang dibeli dari pedagang yang ada di pasaran, sampel dimasukkan ke dalam plastik dan disimpan pada suhu ruang.

3.5 Prosedur Kerja (SNI 7763:2018 Tentang Pupuk Organik Padat)

3.5.1 Preparasi Sampel

- a. Sampel pupuk sebanyak (200-350) g ditimbang dan dimasukkan dalam gelas piala.
- b. Sampel dipisahkan dari bahan yang merupakan bahan ikutan.
- c. Ditimbang gelas piala yang berisi bahan ikutan.
- d. Sampel yang digunakan untuk analisis adalah sampel yang sudah dipisahkan dari bahan ikutan.
- e. Disiapkan wadah plastik yang telah diberi kode, sampel pupuk dimasukkan dalam wadah plastik dan tutup rapat untuk analisis selanjutnya.

3.5.2 Uji Kadar Air

- a. Ditiimbang sampel sebanyak 10 g dan dimasukkan dalam cawan porselin yang telah diketahui bobotnya.
- b. Cawan porselin dimasukkan dalam oven dan dikeringkan selama 16 jam pada suhu 105 °C.
- c. Cawan porselin didinginkan dalam desikator dan ditimbang.

3.5.3 Analisis Nitrogen

- a. Penyiapan Larutan Uji
 - 1) Larutan asam sulfat salisilat
 - a. Ditiimbang asam salisilat sebanyak 25 g kemudian dimasukkan dalam gelas beker.
 - b. Asam salisilat dilarutkan dengan H₂SO₄ p.a (95-98)% dan homogenkan.
 - 2) Larutan baku H₂SO₄ 0,05 N
 - a. Dipipet larutan standar H₂SO₄ 36 N sebanyak 1,4 ml dalam labu takar 500 ml.
 - b. Larutan standar H₂SO₄ ditambahkan aquades hingga tanda batas, dan homogenkan.
 - 3) Asam Borat 1%
 - a. Ditimbang sebanyak 1 g asam borat kemudian dimasukkan dalam gelas beker.
 - b. Asam borat dilarutkan dalam 100 ml aquades dan dihomogenkan.
 - 4) Indikator Conway
 - a. Ditiimbang BCG (*Bromo Cresol Green*) sebanyak 0,15 g dan 0,1 g *methyl red* kemudian dimasukkan dalam gelas beker.

- b. Campuran dilarutkan dalam 100 ml etanol dan homogenkan.
- 5) NaOH 40%
- a. Ditimbang sebanyak 40 g NaOH kemudian dimasukkan dalam labu takar 100 ml yang telah berisi sedikit aquades untuk pelarutan NaOH.
 - b. NaOH ditambahkan aquades hingga tanda batas, gojog hingga homogen.
- b. Pengukuran Kadar Nitrogen
- 1) Ditimbang 0,5 g sampel yang telah dihaluskan, kemudian dimasukkan dalam labu Kjeldahl.
 - 2) Sampel ditambahkan 10 ml larutan asam sulfat-salisilat, goyang hingga merata dan dibiarkan semalaman.
 - 3) Larutan sampel ditambahkan 4 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kemudian dipanaskan pada bunsen selama 2 jam.
 - 4) Pemanasan dihentikan apabila larutan sampel telah berubah warna jernih.
 - 5) Larutan sampel disuling setelah penambahan 100 ml larutan NaOH 40% dengan penampung hasil sulingan 20 ml larutan asam borat 1% yang ditambahkan 3 tetes indikator Conway.
 - 6) Penyulingan dihentikan bila hasil sulingan mencapai 100 ml.
 - 7) Titar hasil sulingan dengan larutan H_2SO_4 0,05 N sampai titik akhir titrasi tercapai (warna hijau berubah menjadi merah jambu) dan catat volume akhir titrasi sebagai (V1), dan melakukan pengerjaan larutan blanko sebagai (V2).

3.5.4 Preparasi sampel menggunakan destruksi basah

- a. Ditimbang 0,5 g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian dimasukkan dalam labu digestion.
- b. Sampel pupuk ditambahkan 5ml HNO_3 p.a. dan 1 ml HClO_4 p.a., kocok dan biarkan semalam.
- c. Larutan sampel dipanaskan pada block digester dimulai dengan suhu 100 °C, setelah uap kuning habis suhu dinaikan hingga 150 °C. Destruksi diakhiri bila sudah keluar uap putih.
- d. Ekstrak sampel didinginkan kemudian diencerkan dengan H_2O dan volume ditepatkan menjadi 100 ml dalam labu takar, kocok hingga homogen.
- e. Larutan sampel dibiarkan semalam kemudian disaring dengan kertas saring whatman no. 42 agar didapat ekstrak jernih.

3.5.6 Pengukuran Kadar P_2O_5 dalam Sampel Pupuk

Penentuan kadar P_2O_5 dalam sampel pupuk dilakukan sebagai berikut (SNI 7763:2018):

a. Penyiapan Larutan Uji.

- 1) Pembuatan larutan induk Phospor 2000 ppm sebanyak 100 ml.
 - a) Ditimbang 0,8744 g KH_2PO_4 (yang telah dikeringkan pada suhu 130 derajat selama 2 jam) kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml yang telah berisi sedikit aquades, dan dihomogenkan.
 - b) Larutan ditambahkan aquades ditepatkan hingga tanda batas menggunakan dan gojog hingga homogen.
- 2) Pembuatan larutan baku Phospor 500 ppm sebanyak 100 ml
 - a) Dipipet 25 ml larutan induk 2000 ppm dalam labu takar 100 ml menggunakan pipet volume.
 - b) Seltelah itu, ditambahkan 2 ml $HClO_4$ kemudian dengan ditepatkan aquades hingga tanda batas menggunakan dan gojog hingga homogen
 - c) Larutan tersebut ditambahkan aquabidest hingga tanda batas dan dihomogenkan.
- 3) Pembuatan larutan standar kerja P dengan konsntrasi 2; 4; 8; 12; 16; 20; 24; dan 28 ppm
 - a) Dipipet larutan baku 500 ppm masing-masing 0,04; 0,08; 0,16; 0,24; 0,32; 0,40; 0,48; dan 0,56 ml dan dimasukkan dalam labu takar 10 ml.
 - b) Larutan diitambahkan dengan larutan standar 0 hingga tanda batas, kemudian gojog hingga homogen.
- 4) Pereaksi Fosfat Molibdat Pekat
 - a) Ditimbang 2,4 g amonium heptamolibdat dan 0,055 g kalium antimoniltartrat kemudian dimasukkan dalam gelas beker.
 - b) Campuran bahan ditambahkan 28 ml H_2SO_4 pekat aduk perlahan, kemudian ditambahkan aquades hingga 200 ml dan aduk kembali hingga homogen.
- 5) Pereaksi Fosfat Molibdat Encer
 - a) Asam askorbat ditimbang sebanyak 0,106 g dimasukkan dalam gelas beker kemudian ditambahkan 10 ml pereaksi fosfat molibdat pekat dan aduk perlahan.

- b) Larutan asam askorbat ditambahkan aquades hingga 100 ml kemudian diaduk dengan batang pengaduk hingga homogen.
- b. Pengukuran P_2O_5 Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis
- 1) Ekstrak dipipet sebanyak 1 ml dari tahap destruksi basah dalam tabung reaksi volume 20 ml, begitupula dengan deret larutan standar kerja P.
 - 2) Setelah itu ekstrak sampel dan deret standar kerja ditambahkan masing-masing 9 ml pereaksi fosfat molibdat encer kemudian kocok dengan vortex mixer hingga homogen.
 - 3) Larutan didiamkan selama 25 menit, lalu diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 824 nm dan mencatat nilai absorbansinya.

3.5.7 Pengukuran K_2O

- a. Dipipet 1 ml ekstrak yang telah didapat dari tahapan destruksi basah ke dalam labu takar 100 ml.
- b. Ekstrak ditambahkan aquades hingga tanda batas kemudian homogenkan.
- c. Larutan diukur absorbansi larutan dengan alat SSA (Spektrofotometri Serapan Atom).

3.6 Analisis Data

- a. Perhitungan Kadar Air :

$$\text{Kadar Air (\%)} : \frac{W_2 - W_0}{W_1 - W_0} \times 100\%$$

W_0 : Bobot wadah kosong

W_1 : Bobot wadah + sampel sebelum pemanasan

W_2 : Bobot wadah + sampel setelah pemanasan

$$Fk (\text{faktor koreksi kadar air}) = \frac{100}{100 - \% \text{kadar air}} \quad (fk \quad \text{ini}$$

digunakan untuk di perhitungan analisis NPK selanjutnya)

- b. Perhitungan kadar Nitrogen :

$$\text{Kadar Nitrogen (\%)} = \frac{V_1 - V_2 \times N \times 14,008}{W} \times 100\% \times fk$$

V_1 : volume larutan H_2SO_4 yang digunakan untuk titrasi sampel

V_2 : volume larutan H_2SO_4 yang digunakan untuk titrasi blanko

N : normalitas larutan H_2SO_4

14,008 : bobot atom nitrogen

Fk : faktor koreksi kadar air

W : berat contoh (mg)

c. Perhitungan Kadar P_2O_5 dan K_2O :

Konsentrasi larutan sampel dapat dihitung menggunakan persamaan regresi linear yang dibuat dari kurva kalibrasi hubungan antara variasi konsentrasi larutan dan absorbansi sampel. Konsentrasi P_2O_5 dan K_2O pada sampel dapat dihitung sebagai x melalui persamaan $y = ax + b$

$$\text{Kadar } P_2O_5 (\%) = C = \frac{V}{1000!} \times \frac{100}{W} \times \frac{142}{62} \times fp \times fk$$

$$\text{Kadar } K_2O (\%) = C = \frac{V}{1000!} \times \frac{100}{W} \times \frac{94}{78} \times fp \times fk$$

Keterangan :

y : nilai absorbansi

x : konsentrasi (mg/L)

a : slope

b : intersep

C : kadar sampel yang didapat dari kurva regresi

V : volume ekstrak (ml)

W : bobot contoh (mg)

Fp : faktor pengenceran

Fk : faktor koreksi kadar air

100 : faktor konversi (%)

142/62 : faktor konversi bentuk P menjadi P_2O_5

94/78 : faktor konversi bentuk K menjadi K_2O