

ESTIMASI KETIDAKPASTIAN PENGUJIAN NITROGEN TOTAL PADA PENGENDALIAN KUALITAS PUPUK MAJEMUK NPK (NITROGEN, PHOSPHATE, KALIUM) FORMULA 15-15-15

Oleh:
Andi Lusdiono ¹⁾
Wiharyanti Nur Lailiyah ²⁾
Universitas Muhammadiyah Gresik ^{1,2)}
E-mail:
andilusdiono@umg.ac.id ¹⁾
wiharyanti@umg.ac.id ²⁾

ABSTRACT

Nitrogen (N) is an essential macro nutrient needed by plants in large amounts. Now, there are various choices of fertilizers containing nitrogen with a certain level, one of that is a NPK fertilizer with formula 15-15-15. Due to its importance for intensification of agricultural production, the Government of the Republic of Indonesia has established the Indonesian National Standard (SNI) with document number SNI 2803:2012 about Solid Fertilizer of NPK. The quality requirements in the SNI must be met by the producer through traceable and accountable quality control through a test and release of a certificate of analysis (CoA). However, in the process of testing or quality control there is an uncertainty component that affects the existence of the correct value displayed in the CoA which affects consumer perceptions and compliance with standards. An estimation of the uncertainty of total nitrogen testing has been carried out on the quality control of NPK fertilizer (nitrogen, phosphate, potassium) formula 15-15-15 %. The uncertainty component that contributed the most to the possibility of error was from factor of the dilution sample which was carried out 20 times. The results of the evaluation of the uncertainty value still show conformity with the limit of difference in results required in the SNI at the level of 8% of the specifications offered. Based on this, the correct value of nitrogen testing in triple 15 formula NPK fertilizer is (15.00 – 15.24)%.

Keywords: *Uncertainty in Testing, Nitrogen, NPK fertilizer, SNI 2803:2012*

ABSTRAK

Nitrogen (N) adalah unsur hara makro esensial yang dibutuhkan oleh tanaman dalam jumlah banyak. Sekarang, berbagai pilihan pupuk mengandung nitrogen dengan kadar tertentu, salah satunya adalah pupuk majemuk NPK triinle 15 atau formula 15-15-15. Karena sifatnya yang penting untuk intensifikasi produksi pertanian, Pemerintah Republik Indonesia telah menetapkan Standar Nasional Indonesia (SNI) dengan nomer dokumen SNI 2803:2012 tentang Pupuk NPK Padat. Persyaratan mutu dalam SNI tersebut, harus dipenuhi oleh produsen karena termasuk SNI Wajib melalui pengendalian kualitas yang tertelusur dan dapat dipertanggungjawabkan melalui suatu pengujian dan terbitnya certificate of analysis (CoA). Namun, dalam proses pengujian atau pengendalian kualitas terdapat komponen ketidakpastian yang mempengaruhi keberadaan nilai benar yang ditampilkan dalam CoA yang mana berpengaruh terhadap persepsi konsumen dan pemenuhan standar. Telah dilakukan estimasi ketidakpastian pengujian nitrogen total pada pengendalian kualitas pupuk majemuk NPK (nitrogen, phosphate, kalium) formula 15-15-15 yang

diperoleh bahwa hasil pengujian nitrogen sebesar 15,12% dengan nilai ketidakpastian diperluas pada tingkat kepercayaan 95% sebesar 0,12%. Komponen ketidakpastian yang paling besar menyumbang kemungkinan kesalahan adalah dari faktor pengenceran contoh yang dilakukan sebanyak 20 kali. Hasil evaluasi nilai ketidakpastian masih menunjukkan kesesuaian dengan batas perbedaan hasil yang disyaratkan dalam SNI di tingkat 8% dari spesifikasi yang ditawarkan. Berdasarkan hal demikian, nilai benar pengujian nitrogen dalam pupuk NPK formula tripel 15 adalah (15,00 – 15,24)%.

Keywords: Ketidakpastian Pengujian, Nitrogen, Pupuk NPK, SNI 2803:2012

1. PENDAHULUAN

Pada era pertanian modern sekarang, penggunaan pupuk pada proses budidaya merupakan suatu keharusan untuk mengintensifikan produksi hasil tanam yang sesuai kualitas harapan petani dan *off taker* (konsumen). Selain itu, pemupukan juga harus memberikan optimalisasi nyata pada kuantitas produksi karena saat ini kebutuhan pangan dunia sedang mengalami peningkatan tajam namun jumlah lahan dan daya produksi tidak sebanding sehingga disebut sebagai krisis pangan. Menurut Undang Undang (UU) No. 22 Tahun 2019 tentang Sistem Pertanian Berkelanjutan, pupuk adalah bahan kimia anorganik dan/atau organik yang diproduksi secara alami atau melalui sintesis dan rekayasa yang fungsinya adalah untuk menyediakan unsur hara bagi Tanaman secara langsung maupun tidak langsung.

Pupuk majemuk adalah pupuk yang mengandung lebih dari satu unsur hara baik yang bersifat anorganik atau organik dalam satu produk. Pupuk ini memiliki kepraktisan dalam pengaplikasian pada tanaman dibanding pupuk tunggal, karena dalam satu periode pemupukan beberapa unsur hara secara paralel dapat ditambahkan. Formulasi pupuk majemuk yang sering dipakai oleh petani adalah pupuk dengan susunan unsur hara gabungan nitrogen, fosfat, dan kalium atau disingkat sebagai pupuk NPK. Pembuatan pupuk NPK secara umum dilakukan melalui proses rekayasa kimia sehingga didapatkan produk berupa campuran (NPK *mixture*) atau granul (NPK

granule). Basis rekayasa kimia memungkinkan kustomisasi formula sesuai dengan kebutuhan tanaman, dalam hal ini formula yang memiliki peminatan paling banyak di Indonesia adalah formula N:P:K 15:15:15.

Kepentingan akan kebutuhan pangan ditindaklanjuti oleh Pemerintah Indonesia dengan memberikan subsidi pupuk kepada petani retail atau dikenal sebagai petani gurem yang diharapkan dapat membantu peningkatan kualitas dan kuantitas produksi pertanian serta di sisi lain dapat membantu menurunkan biaya produksi sehingga produk pertanian yang dihasilkan memiliki keterjangkauan harga jual. Dalam Peraturan Menteri Pertanian Republik Indonesia No. 10 tahun 2022 tentang Tata Cara Penetapan Alokasi dan Harga Eceran Tertinggi Pupuk Bersubsidi Sektor Pertanian menyatakan bahwa pupuk yang disubsidi oleh Pemerintah adalah pupuk Urea dan pupuk NPK sehingga telah menjadi keniscayaan bahwa pengendalian kualitas dan pemantauan peredaran pupuk dengan jenis demikian harus diawasi secara ketat. Oleh karenanya, Pemerintah telah membentuk sistem pengawasan yang salah satunya tertuang pada instrumen Standar Nasional Indonesia dengan penerapannya pada pupuk NPK bersifat wajib sesuai ketentuan Kementerian Perindustrian RI di *online database* Pusat Standardisasi Industri.

Adapun persyaratan mutu pupuk NPK tertuang pada SNI 2803-2012 tentang Pupuk NPK Padat dengan rincian sebagai berikut.

Tabel 1. Spesifikasi syarat mutu pupuk NPK padat (SNI 2803-2012)

No.	Uraian	Satuan	Persyaratan
1.	Nitrogen Total*	%adbk	Min.6
2.	Fosfor total sebagai P ₂ O ₅ *	%adbk	Min.6
3.	Kalium sebagai K ₂ O*	%adbk	Min.6
4.	Jumlah kadar N, P ₂ O ₅ , K ₂ O	%adbk	Min. 30
5.	Kadar air (b/b)	%adbk	Maks. 3
6.	Cemaran logam berat:	mg/kg	Maks.10
	–Merkuri (Hg)	mg/kg	Maks. 100
	–Kadmium (Cd)	mg/kg	Maks. 500
	–Timbal (Pb)		
7.	Arsen (As)	mg/kg	Maks.100

Keterangan:

Adbk adalah pengujian didasarkan atas dasar bahan kering.

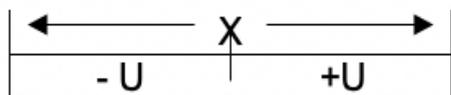
*) Toleransi hasil uji lab. maksimal 8% di bawah formula.

Nitrogen (N) adalah unsur hara makro esensial yang dibutuhkan oleh tanaman dalam jumlah banyak untuk merangsang pertumbuhan dan perkembangan vegetatif di organ batang, cabang, dan daun serta dalam fotosintesis dan sintesa protein. Kekurangan unsur nitrogen dapat menyebabkan warna daun menjadi hijau muda dan akhirnya kuning (menyebabkan klorosis), pertumbuhan lambat dan tanaman menjadi kerdil dan buah masak sebelum waktunya. Sebaliknya, kelebihan Nitrogen dapat menghambat pembungaan dan pembuahan. Melihat perihal demikian, Pemerintah melalui dokumen SNI telah menetapkan

pengendalian kualitas minimum nitrogen di pupuk NPK yaitu sebesar 6% yang apabila dijumlahkan dengan unsur fosfor dan kalium berjumlah minimal 30% dan rentang kesalahan (positif atau negatif) yang diizinkan adalah maksimal 8% dari label formula yang ditawarkan oleh Produsen. Sebab SNI Pupuk NPK Padat termasuk penerapannya merupakan SNI wajib, maka setiap peredarannya di pasaran baik merupakan pupuk subsidi dan nonsubsidi harus mengikuti persyaratan mutu yang ditetapkan. Sehingga, Produsen Pupuk harus melakukan pengendalian kualitas secara detil dan teliti melalui sistem manajemen mutu yang dijamin keluarannya melalui penerbitan Sertifikat Analisis (*Certified of Analysis, or CoA*).

Sertifikat Analisis merupakan salah satu alat untuk memberikan kepercayaan kepada konsumen bahwa produk pupuk NPK yang dirilis oleh Produsen hingga diterima oleh petani telah memenuhi spesifikasi yang ditawarkan serta berkualitas tinggi sesuai persyaratan Standar Nasional Indonesia. Sertifikat Analisis biasanya dikeluarkan oleh laboratorium melalui serangkaian pengujian dari pengambilan contoh, pelaksanaan analisa, hingga penebitan sertifikat. Serangkain proses ini memiliki banyak resiko atau *leak* yang membuat nilai benar dari angka hasil pengujian yang ditampilkan pada Sertifikat menjadi diragukan. Pemerintah telah menetapkan secara ketat persyaratan mutu yang harus dipenuhi, kemudian dengan mempertimbangkan resiko ini Pemerintah juga menetapkan toleransi hasil uji lab sebesar 8% dari spesifikasi yang ditawarkan oleh Produsen kepada Petani. Atas keraguan terhadap ketidakpastian ini, perlu dilakukan pengkajian atau estimasi rentang nilai ketidakpastian, sehingga dapat digunakan sebagai media evaluasi dan pernyataan posisi nilai benar hasil pengujian unsur hara yang terkandung pada produk pupuk dan juga dapat dipertanggungjawabkan.

Ketidakpastian pengujian adalah pengamatan yang keluarannya adalah menetapkan rentang perkiraan nilai benar dari hasil pengujian itu berada. Menghitung atau menetapkan rentang tersebut dikenal sebagai estimasi ketidakpastian. Ketidakpastian pengujian erat hubungannya dengan ketertelusuran. Ketika ketertelusuran menyatakan hubungan hasil pengamatan pengujian terhadap nilai benar yang disampaikan dalam suatu acuan, maka ketidakpastian adalah rentang nilai benar itu berada atau dapat diilustrasikan pada gambar 1. Nilai benar yang dimaksud adalah nilai yang besarnya dapat dipertanggungjawabkan dan mampu tertelusur ke Satuan Internasional (SI).



Gambar 1. Ilustrasi posisi nilai benar (X) dengan rentang ketidakpastian atau uncertainty (U).

Dalam prosesnya akan dilakukan pemaduan semua kesalahan yang diketahui atau dimungkinkan menjadi suatu rentang tunggal dengan satuan yang sama. Menurut pengertian *The International Vocabulary of Metrology* (VIM), kesalahan atau *error* pada pengujian adalah perbedaan antara hasil pengujian dengan nilai benar karena komponen kesalahan acak dan kesalahan sistematis. Kesalahan acak (*random error*) dinyatakan sebagai ketidakpastian tipe A, yaitu kesalahan karena variasi acak dan diluar kendali dari pengambilan data primer pengujian berdasarkan eksperimental dan dihitung dari rangkaian pengamatan berulang. Kemudian, kesalahan sistematis (*systematic error*) dinyatakan sebagai ketidakpastian tipe B, yaitu kesalahan yang bersifat konstan dari data sekunder karena penggunaan instrument pengujian, komponen kesalahan ini diinformasikan dari acuan pabrik atau literatur.

Langkah-langkah dalam mengestimasi ketidakpastian menurut Pedoman Komite Akreditasi Nasional No. Kan Pd-01.04 yaitu (1) menetapkan permodelan formula, (2) mengidentifikasi komponen ketidakpastian, (3) menentukan ketidakpastian baku; (3) menghitung ketidakpastian gabungan; (4) menyatakan dalam ketidakpastian diperluas. Penetapan model formula adalah dengan menginterpretasikan prosedur dari metode pengujian dalam hal ini pengujian nitrogen, menjadi suatu persamaan matematis hingga diperoleh kadar nitrogen dari proses pengujian dimaksud. Proses identifikasi komponen ketidakpastian dilakukan melalui pendekatan *cause effect diagram* dengan melakukan analisis sebab dan akibat dari suatu hasil pengkajian pada sebuah diagram yang terlihat seperti tulang ikan (*fish bone diagram*). Setelah semua komponen penyumbang ketidakpastian telah ditentukan, maka selanjutnya dihitung nilai ketidakpastian baku. Menghitung nilai ketidakpastian baku adalah sesuai bentuk datanya yaitu antara ketidakpastian tipe A atau tipe B. Adapun formulasinya terdapat pada tabel 2. Ketidakpastian gabungan adalah mengubah semua komponen ketidakpastian yang telah dibakukan menjadi kuantitas dengan satuan yang sama. Formula mengabungkan seluruh komponen-komponen ketidakpastian yang telah dihitung dan dibakukan, tidak terbatas pada tipe A dan tipe B adalah pada prinsipnya dengan mengkuadratkan, menjumlahkan, dan menarik akar pangkat dua dari penjumlahan tersebut sesuai sesuai pada tabel 3. Langkah terakhir adalah memperluas ketidakpastian hasil penggabungan dengan memberikan suatu interval dimana nilai benar pengujian berada pada tingkat kepercayaan tertentu. Biasanya dalam estimasi pengujian, tingkat kepercayaan adalah pada cakupan (k) = 2 dan tingkat kepercayaan 95% atau $\alpha = 0.05$

Tabel 2. Perhitungan ketidakpastian baku (μ)

Type Data	Formula
Ketidakpastian Tipe A	$\mu = \frac{s}{\sqrt{n}}$, s = simpangan baku, n = jumlah pengamatan
Ketidakpastian Tipe B	$\mu(x) = s$, s = sebagaimana diinformasikan dari acuan - Distribusi normal ($\alpha = 95\%$), $\mu(x) = s/2$. - Distribusi normal ($\alpha = 99\%$), $\mu(x) = s/3$. - Distribusi <i>rectrangular</i> , $\mu(x) = s/\sqrt{3}$. - Distribusi <i>triangular</i> , $\mu(x) = s/\sqrt{6}$

Tabel 3. Perhitungan ketidakpastian gabungan (μ_c)

Type Data	Formula
Satuan antar komponen ketidakpastian sudah sama	$\mu_c = \sqrt{\mu_a^2 + \mu_b^2 + \dots \dots \dots}$
Satuan antar komponen ketidakpastian tidak sama	$\mu_c/C = \sqrt{(\mu_a/a)^2 + (\mu_b/b)^2 + \dots \dots \dots}$

2. METODE PELAKSANAAN

Alat dan Bahan

Pengujian kadar nitrogen total pada pupuk NPK menggunakan metode Kjeldahl yaitu cara distilasi – titrasi dengan contoh laboratorium yaitu pupuk NPK formula triple 15. Pengujian ini dilaksanakan di Laboratorium Uji Kimia Petrokimia Gresik yang telah terakreditasi oleh Komite Akreditasi Nasional dengan kode LP-076-IDN pada 1-31 Agustus 2022. Peralatan yang digunakan adalah seperangkat destruksi Kjeldahl dan nitrogen distillation system.

Pengujian dilakukan replikasi sebanyak 20 kali untuk mengetahui komponen ketidakpastian pengujian dari ketahanan metode dan kepresisian antar data. Kemudian dilakukan uji akurasi dengan NPK Multi Nutrient SRM-695 untuk mengetahui komponen ketidakpastian pengujian dari akurasi metode yang digunakan dalam penelitian ini dengan bahan yang tersertifikasi dan tertelusur ke satuan internasional.

Prinsip Pengujian

Nitrogen dalam contoh dihidrolisi dengan asam sulfat membentuk senyawa ammonium sulfat. Nitrat dengan asam

salisilat membentuk nitrosalisilat, kemudian direduksi dengan tiosulfat membentuk senyawa ammonium. Suling senyawa ammonium dalam suasana alkali, tamping hasil sulingan dalam larutan asam borat. Titrasi dengan larutan asam sulfat sampai warna hijau berubah menjadi merah jambu (SNI 2803:2012, butir 6.2).

Cara Kerja

Siapkan contoh pupuk sebanyak minimal 225 gram kemudian dihaluskan hingga lolos ayakan ukuran 0,841 mm (US Mesh No. 20) kemudian simpan dalam botol tutup rapat dan berlabel sebagai contoh uji. Kemudian, timbang contoh uji sebanyak 0,5 gram dan masukkan ke dalam labu Kjeldahl, tambahkan 25 larutan asam sulfat-salisilat dan 4 gram Na₂S₂O₃.5H₂O kemudian destruksi dengan panas 300 OC selama 2 jam lalu dinginkan. Larutkan contoh hasil destruksi hingga 500 ml, kemudian pipet sebanyak 25 ml ke dalam labu Kjeldahl dan tambahkan 150 ml air suling dan 3 tetes indicator PP, lalu pasang pada alat nitrogen distillation system. Selanjutnya, lakukan destilasi dalam suasana basa (hingga larutan sistem berwarna merah) kemudian tampung

hasil destilasi pada 20 ml asam borat 1% hingga volume 400 ml. Berikutnya, hasil destilasi dititrasi menggunakan indikator Conway dengan larutan H₂SO₄ 0,05 N hingga titik akhir titrasi tercapai (warna hijau

berubah menjadi merah jambu). Catat volume titrasi yang diperoleh dan lakukan pengerjaan blanko. Adapun model pengujian dan formulanya adalah sebagai berikut.

Tabel 4. Mode perhitungan kadar nitrogen total dalam pupuk NPK

Formula kadar Nitrogen total

$$Total\ N,\ adbk\ \% = \frac{(V_b - V_c) \times N \times 14,008 \times Fp}{W} \times 100\% \times \{100/(100 - \%H_2O)\}$$

Keterangan:

V_b, volume larutan H₂SO₄ 0,05 N yang dipakai pada penetapan contoh, ml.

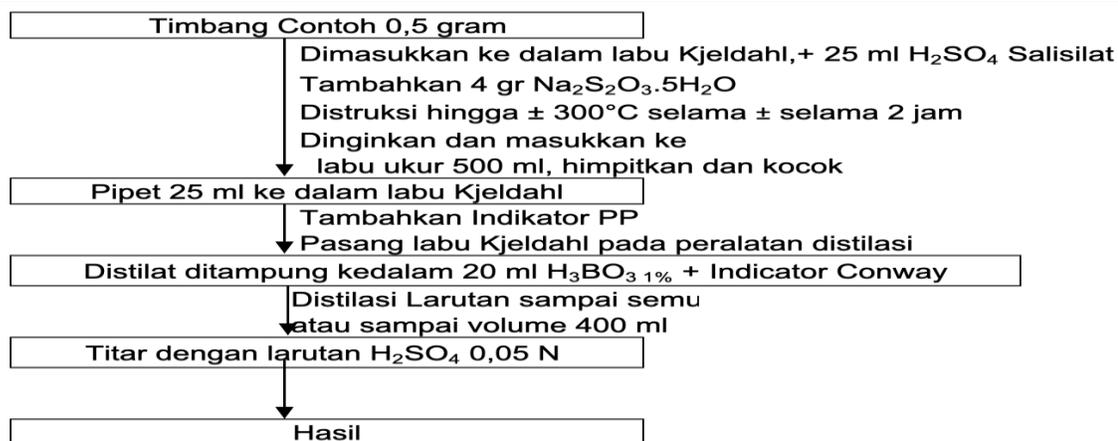
V_c, volume larutan H₂SO₄ 0,05 N yang dipakai pada penetapan blanko, ml.

N, Normalitas H₂SO₄ 0,05 N yang dipakai sebagai titran.

14,008, berat atom nitrogen.

Fp, faktor pengenceran.

W, berat contoh dalam milligram.



Gambar 2. Model pengujian nitrogen dalam pupuk NPK.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

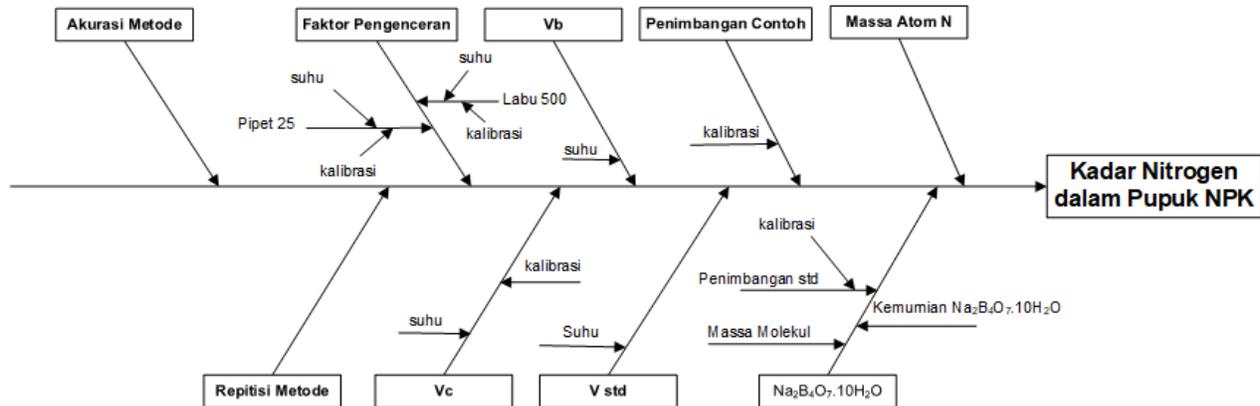
Setelah melakukan rangkaian metodologi penelitian diperoleh hasil identifikasi komponen – komponen ketidakpastian pengujian yang disajikan dalam fish bone (cause-effect) diagram. Berdasarkan hasil identifikasi, kemudian dievaluasi pengkategorian tipe ketidakpastian antara tipe

A yang berasal dari kesalahan acak dan asumsi distribusi normal serta tipe B yang berasal dari kesalahan sistematis dan diperoleh dari komponen informasi literatur seperti sertifikat, spesifikasi alat dan sebagainya.

Tabel 5. Hasil identifikasi komponen ketidakpastian pada pengujian nitrogen dalam pupuk NPK.

No.	Komponen ketidakpastian	Satuan	Coverage factor (k)	μ(x)
1.	Massa atom nitrogen (N), M _{atom.N}	u	√3	0,00004
2.	Penggunaan Na ₂ B ₄ O ₇ .10H ₂ O			
	Massa molekul, M _{mol.std}	u	√3	0,005
	Kemurnian, P _{std}	%(b/b)	√3	0,0001

	Penimbangan, M_{std}	mg	2	0,09
3.	Penimbangan contoh, M_{cth}	mg	2	0,09
4.	Volume standarisasi, V_{std}	ml	$\sqrt{3}$	0,04
5.	Volume blanko, V_{blk}	ml	$\sqrt{3}$	0,04
6.	Volume contoh, V_{cth}	ml	$\sqrt{3}$	0,04
7.	Faktor pengenceran, $Fp_{500/25}$	ml	$\sqrt{3}$	0,03
8.	Repetisi Metode	%(b/b)	$\sqrt{20}$	0,1
9.	Akurasi Metode	%(b/b)	$\sqrt{20}$	0,0005



Gambar 3. Fishbone (cause-effect) diagram pada pengujian kadar nitrogen dalam pupuk NPK

Dalam melakukan perhitungan untuk mendapatkan suatu kadar kimia dengan keluaran presentase bobot maka dibutuhkan perkalian dengan bobot unsur kimia (massa atom). Namun, massa atom memiliki keragaman nilai karena sifat isotopic atom di alam yaitu unsur-unsur yang kembar namun

tidak identik ditandai dengan perbedaan massa atom. Keragaman inilah yang dipertimbangkan untuk dimasukkan sebagai komponen ketidakpastian dan termasuk data tipe B dengan persebaran *rectangular* sesuai tabel 6 dan tabel 7.

Tabel 6. Hasil estimasi ketidakpastian baku komponen massa atom nitrogen (IUPAC, 2016)

Variabel	Massa Atom Standar	Nilai (u)	Ketidakpastian baku, $\mu(M_{atom.N})$ (u)
$A_r(N)$	(14,00643; 14,00728)	$= (14,00643 + 14,00728)/2$ $= 14,006855$	$= (14,006855 - 14,0067)/(\sqrt{12})$ $= 0,00004$

Tabel 7. Hasil estimasi ketidakpastian baku komponen massa atom $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ (IUPAC, 2016)

Variabel	Massa Atom Standar	Nilai (u)	Ketidakpastian baku $\mu(x)$ (u)	Koefisien Stokimetri	Kontribusi Ketidakpastian $\mu(M_{mol.std})$ (u)
$A_r(Na)$	22,98976928(2)	22,989769	$= 0,003/\sqrt{3}$ $= 0,002$	2	0,003
$A_r(B)$	(10,806; 10,821)	10,811	0,0007	4	0,003
$A_r(O)$	(15,99903; 15,99977)	15,999	0,0001	17	0,002

463 ESTIMASI KETIDAKPASTIAN PENGUJIAN NITROGEN TOTAL PADA PENGENDALIAN KUALITAS PUPUK MAJEMUK NPK (NITROGEN, PHOSPHATE, KALIUM) FORMULA 15-15-15

A_r (H)	(1,00784; 1,00811)	1,00784	0,00004	20	0,001
M_r ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)		381,363			0,005

Asam sulfat digunakan sebagai penitar dari ammonia yang dihasilkan. Namun dalam pembuatan larutan asam sulfat berkonsentrasi 0,05 N nilainya belum tentu tepat karena sifat asam sulfat yang tidak stabil dan disebut sebagai bahan baku sekunder sehingga perlu dilakukan standarisasi dengan bahan baku primer yaitu natrium tetraboraks. Dalam pembuatan larutan standar ini, dilakukan penimbangan bahan yang kemurniannya menyumbang kesalahan pengujian sehingga harus dimasukkan ke dalam komponen ketidakpastian.

Tabel 8. Hasil estimasi ketidakpastian baku komponen kemurnian Na-Tetraborat.

Variabel	Nilai (%)	Ketidakpastian baku $\mu(P_{std})$ (%)
Kemurnian $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	99,9793	$= (100 - 99,9793)/(\sqrt{3}) = 0,0001$

Pengujian kadar nitrogen dalam pupuk erat hubungannya dengan bobot karena presentase hasilnya juga dinyatakan dalam ukuran presentase bobot. Sehingga, dalam melakukan estimasi ketidakpastian perlu memasukkan penimbangan sebagai komponennya. Nilai ketidakpastian dari komponen penimbangan diperoleh dari sertifikat kalibrasi neraca yang digunakan untuk menimbang dengan *coverage factor* = 2 (sesuai sertifikat kalibrasi pada $\alpha = 0,05$). Pada proses ini dua segmen pengerjaan menimbang yang memberikan pengaruh kesalahan, yaitu saat menimbang bahan baku untuk standarisasi asam sulfat dan

penimbangan contoh uji. Dengan menggunakan timbangan yang sama maka ketidakpastian baku tersebut sesuai pada tabel 9.

Tabel 9. Hasil estimasi ketidakpastian baku komponen penimbangan

Variabel	Nilai (mg)	Ketidakpastian baku (mg)
Penimbangan $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0,18	$= 0,18 / 2 = 0,09$
$\mu(M_{std})$		
Penimbangan contoh $\mu(M_{cth})$	0,18	0,09

Prinsip pengujian pada penetapan kadar nitrogen ini adalah dengan metode titrimetri yaitu analisis kuantitatif yang didasarkan atas volume. Sehingga, dalam mengestimasi komponen ketidakpastian perlu menambahkan penggunaan akurasi alat ukur volume yang digunakan. Setelah diidentifikasi, pengaruh nyata volume dalam perhitungan yaitu volume titrasi saat standarisasi H_2SO_4 dengan Na-Tetraborat serta volume titrasi contoh dan blanko. Akurasi alat ukur volume berbagai faktor, oleh karenanya harus dilakukan kalibrasi untuk menetapkan nilai ketidakpastian yang muncul dari alat ukur tersebut. Kemudian juga dihitung pengaruh suhu, karena erat hubungannya dengan pemuaian alat ukur volume yang dalam penelitian ini menggunakan alat ukur gelas yaitu buret, labu ukur, dan pipet volume. Adapun estimasinya adalah sesuai pada tabel 10.

Tabel 10. Hasil estimasi ketidakpastian baku komponen volume titrasi.

Variabel	Nilai (ml)	Kontribusi Ketidakpastian (ml)	Ketidakpastian Baku (ml)
Sertifikat Kalibrasi Buret 25 ml	0,06	$= 0,06 / \sqrt{3} = 0,035$	
Pengaruh suhu	0,0263	0,0152	

Volume standarisasi, $\mu(V_{std})$	$= \sqrt{0,035^2 + 0,0152^2}$ $= 0,038$
Volume titrasi blanko, $\mu(V_{blk})$	0,04
Volume titrasi contoh, $\mu(V_{cth})$	0,04

Pengujian nitrogen ini menggunakan pengenceran contoh untuk mendapatkan hasil pengujian yang efektif dan efisien. Total pengenceran yang digunakan adalah 20 kali yaitu sejumlah 500,0 ml larutan contoh uji, diambil sebanyak 25,0 ml untuk didestilasi dan kemudian dititrasi hingga diperoleh kadar nitrogen yang terkandung dalam pupuk.

Penggunaan volume demikian juga menyumbang komponen ketidakpastian hasil uji sehingga perlu dimasukkan. Estimasi merupakan gabungan dari yang timbul pada volume 500,0 ml dan volume 25,0 ml seperti pada tabel 11.

Tabel 11. Hasil estimasi ketidakpastian baku komponen volume titrasi.

Variabel	Nilai (ml)	Kontribusi Ketidakpastian (ml)	Ketidakpastian Baku (ml)
Sertifikat kalibrasi pipet 25 ml	0,06	$= 0,06 / \sqrt{3} = 0,035$	
Pengaruh suhu pipet 25 ml	0,0263	0,0152	
Sertifikat kalibrasi LU 500 ml	0,5	0,303	
Pengaruh suhu LU 500 ml	0,0263	0,0152	
Volume buret 25 ml		$= \sqrt{0,035^2 + 0,0152^2}$ $= 0,038$	
Volume LU 500 ml		0,419	
Faktor pengenceran ($\mu F_{p500/25}$)			$= 500/25$ $\times \sqrt{(0,038/25)^2 + (0,419/500)^2}$ $= 0,03$

Pengujian ini dilakukan pengulangan sebanyak 20 kali dengan hasil pada tabel 12. Tujuan untuk melakukan pengulangan metode adalah mengetahui tingkat kedekatan antar data yang dihasilkan yang kemudian dinyatakan sebagai standar deviasi (SD).

Nilai deviasi menunjukkan adanya perbedaan antar nilai, sehingga berkontribusi terhadap posisi nilai benar berada yang mana harus dimasukkan dalam estimasi ketidakpastian pengujian nitrogen dalam pupuk.

Tabel 12. Hasil pengujian yang dilakukan sebanyak 20 kali pengulangan.

Seri	Kadar N total (%)	Seri	Kadar N total (%)	Rata – rata (C_x) (%)	15,120
1	15,017	11	15,017	Nilai minimal (%)	15,014
2	15,283	12	15,283	Nilai maksimal (%)	15,295
3	15,133	13	15,133	Standar deviasi (s) (%)	0,103
4	15,020	14	15,020	Ketidakpastian baku ($\mu.rep$) (%)	0,02

5	15,295	15	15,295
6	15,133	16	15,133
7	15,136	17	15,136
8	15,145	18	15,145
9	15,020	19	15,020
10	15,014	20	15,014

$$\mu_{rep} = s/\sqrt{n}$$

Untuk menjamin hasil pengujian tertelusur ke satuan internasional perlu dilaksanakan uji akurasi yaitu melihat kedekatan data dengan *certified reference material* (CRM). Proses pengerjaannya adalah setiap pengujian nitrogen ditandem

dengan pengujian contoh CRM, perbedaan atau deviasi dengan nilai di sertifikat digunakan sebagai komponen penyumbang ketidakpastian pengujian sesuai dengan tabel 13.

Tabel 13. Hasil pengujian bahan CRM yang dilakukan sebanyak 20 kali pengulangan.

Seri	Kadar N total (%)	Seri	Kadar N total (%)	Rata – rata (X_{obs}) (%)	13,841
1	13,842	11	13,842	Standar deviasi (%)	0,002
2	13,843	12	13,840	Nilai akurasi (%)	99,58
3	13,839	13	13,840	Kadar nitrogen CRM (X_{CRM}) (%)	13,9
4	13,842	14	13,842	Ketidakpastian baku CRM (μX_{CRM}) (%)	0,4
5	13,842	15	13,842	Ketidakpastian baku uji CRM (μX_{obs}) (%)	0,0004
6	13,841	16	13,841	Ketidakpastian baku akurasi ($\mu_{akurasi}$) (%)	0,03
7	13,838	17	13,842	$\mu_{akurasi}$	
8	13,843	18	13,839	= Nilai Akurasi $\times \sqrt{\left(\frac{\mu X_{obs}}{X_{obs}}\right)^2 + \left(\frac{\mu X_{CRM}}{X_{CRM}}\right)^2}$	
9	13,838	19	13,843		
10	13,842	20	13,842		

Tabel 14. Hasil perhitungan ketidakpastian gabungan

Komponen Ketidakpastian	Nilai, x	Ketidakpastian baku, $\mu(x)$	Ketidakpastian relative ($\mu(x) / x$)	Rangking
Massa atom nitrogen (N), $M_{atom.N}$	14,0067 u	0,00004 u	0,000003	R ₉
Penggunaan $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$				
Massa molekul, $M_{mol.std}$	381,363 u	0,005 u	0,00001	R ₇
Kemurnian, P_{std}	99,97%	0,0001 %	0,000001	R ₈
Penimbangan, M_{std}	75,6 mg	0,09 mg	0,001	R ₅
Penimbangan contoh, M_{cth}	501,1 mg	0,09 mg	0,0002	R ₆
Volume standarisasi, V_{std}	25 ml	0,04 ml	0,002	R ₄
Volume blanko, V_{blk}	25 ml	0,04 ml	0,002	R ₃
Volume contoh, V_{cth}	25 ml	0,04 ml	0,002	R ₂
Faktor pengenceran, $Fp_{500/25}$	20	0,03	0,002	R ₁

$$\begin{aligned}
 \text{Ketidakpastian gabungan } (\mu_x \text{ total}) &= C_x \\
 &= \times \sqrt{R_1^2 + R_2^2 + R_3^2 + R_4^2 + R_5^2 + R_6^2 + R_7^2 + R_8^2} \\
 &= 15,12\% \times \sqrt{1,13 \times 10^{-5}} = 0,05\%
 \end{aligned}$$

Tabel 15. Hasil perhitungan ketidakpastian gabungan dengan repetisi dan akurasi metode.

Komponen ketidakpastian	Nilai (%)
$(\mu_x \text{ total})$	0,05
$(\mu.\text{rep})$	0,02
(μ_{akurasi})	0,03
Ketidakpastian gabungan dengan repetisi dan akurasi metode, $(\mu_x \text{ total}_2)$	$= \sqrt{\mu_x \text{ total}^2 + \mu.\text{rep}^2 + \mu.\text{akurasi}^2}$ $= \sqrt{0,05^2 + 0,02^2 + 0,03^2} = 0,06$

Tabel 16. Hasil perhitungan ketidakpastian diperluas pada tingkat kepercayaan 95%.

Komponen ketidakpastian	Nilai (%)
$(\mu_x \text{ total}_2)$	0,06
$U_{95-\text{nitrogen}}$	$= k \times (\mu_x \text{ total}_2)$ $= 2 \times (0,06) = 0,12$

Faktor pengenceran menjadi komponen ketidakpastian yang menyumbang besaran kesalahan terbanyak. Semakin besar jumlah pengenceran yang dilakukan, semakin besar rentang nilai benar atau dapat dikatakan bahwa hasil pengujian mengarah kurang akurat. Prinsip metode penetapan kadar nitrogen dalam pupuk NPK ini adalah berdasarkan volumetri (titrimetri) sehingga kesalahan kedua adalah dari penggunaan volume alat gelas. Semakin banyak pelarut yang digunakan untuk mengencerkan contoh pada volume terukur, nilai kesalahannya semakin tinggi. Dengan memperhitungkan komponen ketidakpastian dari deviasi terhadap reproduktibilitas data pengujian dan akurasinya terhadap *certified reference material*, nilai ketidakpastian diperluas masih relatif kecil karena nilainya masih dibawah 8% (berdasarkan ketentuan SNI) dari hasil uji nitrogen dalam pupuk ($8\% \times 15,12 = 1,21\% > 0,12\%$). Sehingga hasil estimasi ketidakpastian ini masih sesuai dan tidak *over-estimated*.

4. SIMPULAN

- Hasil pengujian nitrogen total pada pupuk NPK dengan formula triple 15 menghasilkan nilai rata-rata sebesar 15,12% adbk (atas dasar bahan kering) dengan rentang ketidakpastian \square 0,12% pada tingkat kepercayaan 95%.
- Nilai benar pengujian nitrogen total adalah pada rentang (15,00 – 15,24)%.
- Kontribusi kesalahan terbesar adalah dari komponen faktor pengenceran dan terkecil adalah massa atom nitrogen.
- Dengan melihat kepatuhan terhadap SNI 2803:2012 tentang SNI Pupuk NPK Padat yang mana toleransi sebesar \square 8% dari hasil uji yang ditampilkan, maka evaluasi dari hasil estimasi ketidakpastian masih relevan.
- Dengan tingkat kepercayaan 95% yang berarti bias maksimal adalah 5% dari hasil uji atau 0,76%. Maka, evaluasi ketidakpastian pengujian ini masih relevan dan proses pengujian masih valid dan dapat dipertanggungjawabkan.

5. DAFTAR PUSTAKA

- JCGM. 2008. JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement. Bureau International des Poids et Mesures (BIPM): Perancis.
- BSN. 2012. Dokumen No. SNI 2803:2012 tentang SNI Pupuk NPK Padat. Badan Standardisasi Nasional: Jakarta.
- JCGM. 2012. JCGM 200:2012 International Vocabulary of Metrology (VIM) – Basic and General Concepts and Associated Terms, 3rd edition. Bureau International des Poids et Mesures (BIPM): Perancis.
- Kementerian Sekretariat Negara RI. 2019. Undang – Undang Republik Indonesia No. 22 Tahun 2019 tentang Sistem Budi Daya Pertanian Berkelanjutan. Jakarta.
- B. Magnusson and U. Örnemark (eds.) 2014. Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. United Kingdom.
- G.Dube. 2001. Accred Qual Assur 6-2001-3, Metrology in Chemistry – a public task.
- IUPAC. 2016. Guidelines for the use of atomic weights. Research Triangle Park: North Carolina.
- Komite Akreditasi Nasional. 2017. Dokumen No. SNI ISO/IEC 17025:2017 tentang Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi. Badan Standardisasi Nasional: Jakarta.
- Komite Akreditasi Nasional. 2019. KAN Pd-01.04: Interpretation and Guidance on The Estimation of Uncertainty of Measurement in Testing. BSN: Jakarta.
- Tioner Purba, dkk. 2021. Pupuk dan Teknologi Pemupukan. Yayasan Kita Menulis: Medan.