

PENGEMBANGAN DAN VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR DIFOSFORUS PENTOKSIDA TOTAL DALAM PUPUK ORGANIK SECARA SPEKTROFOTOMETRI SINAR TAMPAK DI PT MITRA AGRO SERVINDO

Henny Rochaeny¹, Candra Irawan¹, Silvia Rachmy², Amelia Apriani¹, Akmal Rakhmadi³

¹Program Studi Analisis Kimia, Politeknik AKA Bogor

Jl. Pangeran Sogiri No.283, Tanah Baru, Bogor Utara, Kota Bogor, Jawa Barat 16154

²Program Studi Pengolahan Limbah Industri, Politeknik AKA Bogor

Jl. Pangeran Sogiri No.283, Tanah Baru, Bogor Utara, Kota Bogor, Jawa Barat 16154

³PT Mitra Agro Servindo, Jalan Tomang Raya No.49, DKI Jakarta 11440

Email: silvia@kemenperin.go.id

(Received : 1 November 2019; Accepted: 30 November 2019; Published: 1 Desember 2019)

Abstrak

Pengembangan metode penetapan kadar difosforus Pentaoksida (P_2O_5) total dalam pupuk organik secara spektrofotometri sinar tampak mengacu pada *Handbook of Reference Materials for Soil Testing* telah dilakukan. Validasi dilakukan karena pada metode pengembangan menggunakan objek pupuk organik sedangkan pada metode baku digunakan tanah. Dari hasil penelitian, diperoleh nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0,9995; limit deteksi metode sebesar 0,0276 dan limit kuantitasi sebesar 0,2761; presisi rpitabilitas dengan nilai % simpangan baku relative (% SBR) sebesar 1,81%; presisi antara dengan nilai %SBR sebesar 1,83% dan 1,81%; nilai persen perolehan kembali sebesar (100,98-109,71)%; serta uji ketangguhan memberikan uji F dan uji t antar analisis yang tidak berbeda nyata dengan diperoleh nilai f_{hitung} (1,00) < f_{tabel} (3,18) dan t_{hitung} (1,96) < t_{tabel} (2,10). Pengembangan metode penetapan kadar difosforus Pentaoksidatotal dengan objek pupuk organik secara spektrofotometri sinar tampak, menghasilkan data yang valid.

Kata kunci: Difosforus pentaoksida, pupuk organik, % SBR.

Abstract

The development of a method for determining total Diphosphorus pentaoxide (P_2O_5) levels in organic fertilizer by visible spectrophotometry refers to the Handbook of Reference Materials for Soil Testing. Validation needs to be done because the development method uses the object of organic fertilizer while the standard method uses soil. From the results of the study, obtained correlation coefficient (r) of 0.9995; method detection limit of 0.0276 and quantitation limit of 0.2761; repeatability precision with a value of % relative standard deviation (% SBR) of 1.81%; precision between the % SBR values of 1.83% and 1.81%; the value of percent recovery is (100.98-109.71)%; and the toughness test gives an F test and a t test between analysts that are not significantly different from the values obtained f_{count} (1.00) < f_{table} (3.18) and t_{count} (1.96) < t_{table} (2.10). Development of a method for determining the total Diphosphorus levels of total Pentaoxide with organic fertilizer objects by visible spectrophotometry, produces valid data.

Keywords: Diphosphorus pentaoxide, organic fertilizer, %SBR.

PENDAHULUAN

Pupuk adalah suatu bahan yang mengandung satu atau lebih hara tanaman dan dapat digunakan untuk memperbaiki kesuburan tanah. Sedangkan pupuk organik adalah pupuk yang sebagian besar atau seluruhnya terdiri atas bahan organik yang berasal dari tanaman dan/atau hewan yang telah melalui proses rekayasa, dapat berbentuk padat atau cair yang digunakan untuk menyuplai bahan organik untuk memperbaiki sifat fisik, kimia, dan biologi tanah (Peraturan Menteri Pertanian, 2006). Pupuk organik dapat berperan sebagai “pengikat” butiran primer menjadi butiran sekunder dalam pembentukan agregat yang mantap. Keadaan ini berpengaruh terhadap porositas, penyimpanan dan penyediaan air, aerasi tanah, dan suhu tanah. Pupuk organik memiliki fungsi kimia yang penting, seperti : penyediaan hara makro (N,P,K,Ca, Mg, dan S) dan mikro seperti Zn, Cu, Mo, Co, B, Mn, dan Fe, meskipun jumlahnya relatif sedikit; meningkatkan kapasitas tukar kation (KTK) tanah; dan dapat membentuk senyawa kompleks dari ion logam yang mencemari tanaman, seperti Al, Fe, dan Mn (Suriadikarta & Simanungkalit, 2006). Proses pemupukan dilakukan untuk penambahan bahan zat hara tanaman ke dalam tanah (Hardjowigeno, 2007).

Sumber fosfor (P) total didalam tanah cukup banyak tetapi tanaman masih bisa mengalami kekurangan fosfor karena sebagian besar fosfor terikat secara kimia oleh unsur lain sehingga menjadi senyawa yang sukar larut (Isnaeni, 2015). fosfor pada tanah dapat diperoleh melalui pemupukan, kotoran hewan, residu tanaman, limbah industri dan domestik, disamping senyawa fosfor alami baik organik maupun anorganik yang memang telah tersedia dalam tanah (Krishnaveni, 2010). Pengaruh pupuk organik terhadap ketersediaan fosfor dalam tanah dapat secara langsung melalui proses mineralisasi atau membantu pelepasan fosfor yang terfiksasi (Atmojo, 2003).

Difosforus Pentaoksida (P_2O_5) total umumnya terdapat dit tanah dalam bentuk fosfat yaitu $H_2PO_4^-$, HPO_4^{2-} , dan PO_4^{3-} . Fosfat umumnya diserap oleh tanaman dalam bentuk ion ortofosfat primer ($H_2PO_4^-$) atau ortofosfat sekunder (HPO_4^{2-}) sedangkan PO_4^{3-} lebih sulit diserap oleh tanaman (Engelstad, 1997). Oleh karena itu, proses mineralisasi bahan organik adalah pelepasan fosfor mineral (PO_4^{3-}) karena lebih sulit diserap tanaman. Pada pH lebih rendah, tanaman lebih banyak menyerap ion ortofosfat primer, dan pada pH yang lebih tinggi ion ortofosfat sekunder yang lebih banyak diserap oleh tanaman (Hanafiah, 2005).

Penetapan kadar P_2O_5 total dalam pupuk organik menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak pada panjang gelombang 420 nm. Spektrofotometri sinar tampak adalah suatu metode pengukuran interaksi antara materi dengan radiasi yang dilakukan pada panjang gelombang sinar

tampak, yaitu dari 400-780 nm. Sampel yang diukur dengan metode ini haruslah sampel yang berwarna atau yang dapat dibuat berwarna. Pewarnaan sampel yang tak berwarna dapat dilakukan dengan mereaksikan sampel dengan pereaksi yang spesifik hingga terbentuk suatu kompleks warna yang stabil (Day & Underwood, 2002). Prinsip kerja dari spektrofotometer adalah sumber cahaya yang datang merupakan sinar polikromatis dilewatkan melalui monokromator sehingga menjadi sinar monokromatis yang kemudian diteruskan melalui sel yang berisi contoh. Sebagian sinar akan diserap oleh sel dan sebagian lagi akan diteruskan ke foto sel yang berfungsi untuk mengubah energi cahaya menjadi energi listrik. Energi listrik yang dihasilkan oleh foto sel memberikan sinyal pada detektor yang kemudian akan diubah menjadi nilai serapan (absorbansi) dari zat yang dianalisis (Khopkar, 1990).

Penetapan kadar P_2O_5 total dalam pupuk organik perlu divalidasi karena merupakan metode yang dikembangkan dari sumber referensi *Handbook of Reference Materials for Soil Testing*. Validasi metode adalah konfirmasi melalui bukti-bukti pemeriksaan dan telah sesuai dengan tujuan pengujian sehingga laboratorium harus merekam hasil yang diperoleh, prosedur yang digunakan untuk validasi, dan pernyataan bahwa metode tersebut tepat untuk penggunaan yang dimaksud (Riyanto, 2014). Validasi adalah salah satu metode pengujian untuk menetapkan metode yang tidak baku agar masuk ke dalam ruang lingkup. Penelitian bertujuan untuk memastikan bahwa metode penetapan kadar P_2O_5 total dalam pupuk organik secara spektrofotometri sinar tampak valid dan dapat dipertanggung jawabkan dilihat dari ketelitian, keakuratan, dan ketangguhan metode.

BAHAN DAN METODE

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam percobaan ini adalah Spektrofotometer Sinar Tampak merek *Perkin Elmer Lambda 25*, tabung destruksi (*digestion*) dan *digestion block* merek *Gerhardt*, neraca analitik 4 desimal merek *Ohaus CP214*, *vortex mixer* merek *Wisd VM-10*, mesin *grinder*, *hotplate and stirrer* dan *magnetic stirrer*, pipet mohr 10 mL dan 5 mL, buret *Schellbach* 50 mL, labu takar 100 mL, gelas piala 1000 mL, tabung reaksi dan rak tabung, *weighing boat*, spatula, botol semprot, dan *bulb*.

Bahan yang digunakan dalam percobaan ini terbagi menjadi dua bagian yaitu bahan uji dan bahan kimia. Bahan uji yang digunakan merupakan sampel pupuk organik yang telah dihomogenkan. Bahan kimia yang digunakan adalah larutan standar induk PO_4 1000 mg/L, larutan campuran HNO_3 : $HClO_4$ (5 : 1), larutan amonium heptamolibdat, larutan amonium monovanadat, dan akuabides.

Metode Kerja

Percobaan ini dilakukan dalam tiga

tahap yaitu persiapan, pengujian, dan pengolahan data. Pada tahap persiapan dilakukan preparasi contoh uji pupuk organik, pembuatan larutan pembangkit warna, pembuatan larutan standar fosfor 0 mg/L dan deret standar fosfor (20, 40, 60, 80 dan 100) mg/L untuk uji linieritas, pembuatan blangko pereaksi untuk uji limit deteksi metode dan limit kuantisasi, pembuatan larutan contoh uji pupuk organik untuk uji presisi riptabilitas, pembuatan larutan contoh uji pupuk organik untuk uji presisi antara, pembuatan larutan standar fosfor (20, 40, dan 60) mg/L untuk uji akurasi (perolehan kembali), serta pembuatan larutan contoh uji pupuk organik untuk uji ketangguhan metode (*ruggedness*). Tahap selanjutnya dilakukan pengujian menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 420 nm terhadap deret standar fosfor dan contoh uji pupuk organik dengan parameter linieritas, limit deteksi metode dan limit kuantisasi, presisi riptabilitas, presisi antara, akurasi (perolehan kembali), dan ketangguhan metode (*ruggedness*) dengan mengukur absorbansi larutan sampel yang membentuk kompleks berwarna kuning. Tahap pengolahan data dari hasil pengujian setiap parameter diolah secara statistika.

Linieritas

Deret standar fosfor (20, 40, 60, 80, dan 100) mg/L dipipet 1 mL dengan mikropipet lalu ditambahkan 2,5 mL larutan amonium heptamolibat dan 2,5 mL amonium monovanadat. Larutan dihomogenkan, ditunggu 30 menit agar bereaksi sempurna. Larutan sampel yang membentuk kompleks berwarna kuning diukur absorbansi menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 420 nm.

Limit Deteksi Metode dan Limit Kuantisasi

Larutan blanko yang telah dibuat dipipet 1 mL dengan mikropipet dan dilakukan pengenceran dengan faktor pengenceran sebanyak dua kali, dihomogenkan lalu dipipet kembali sebanyak 1 mL dengan mikropipet, serta ditambahkan 2,5 mL larutan amonium heptamolibat dan 2,5 mL amonium monovanadat. Larutan dihomogenkan dan ditunggu 30 menit agar bereaksi dengan sempurna. Larutan sampel yang membentuk kompleks berwarna kuning diukur absorbansi menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 420 nm.

Presisi Riptabilitas

Sampel pupuk organik yang telah dipreparasi dipipet 1 mL dengan mikropipet dan dilakukan pengenceran dengan faktor pengenceran sebanyak dua kali, dihomogenkan lalu dipipet kembali sebanyak 1 mL dengan mikropipet lalu ditambahkan 2,5 mL larutan amonium heptamolibat dan 2,5 mL amonium monovanadat. Larutan dihomogenkan dan ditunggu 30 menit agar bereaksi dengan sempurna. Larutan sampel yang membentuk kompleks berwarna kuning diukur absorbansi

menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 420 nm.

Presisi Antara

Cara kerja pengujian presisi antara sama seperti presisi riptabilitas, tetapi dilakukan pengulangan pengukuran oleh analis yang berbeda dan pada waktu yang berbeda.

Akurasi (Perolehan Kembali)

Cara kerja pengujian akurasi dengan perolehan kembali sama seperti presisi riptabilitas, hanya saja sampel pupuk organik yang telah dipreparasi dilakukan sembilan kali pengulangan yang terdiri dari tiga sampel untuk perolehan kembali 25% (konsentrasi rendah), tiga sampel untuk perolehan kembali 50% (konsentrasi sedang), dan tiga sampel untuk perolehan kembali 75% (konsentrasi tinggi). Tiga sampel untuk akurasi 25% dipipet 1 mL dengan mikropipet, ditambahkan 5 mL larutan standar fosfor 20 mg/L dan dilakukan pengenceran dengan faktor pengenceran sebanyak dua kali, dihomogenkan lalu dipipet kembali sebanyak 1 mL dengan mikropipet, ditambahkan 2,5 mL larutan amonium heptamolibat dan 2,5 mL amonium monovanadat. Larutan dihomogenkan dan ditunggu 30 menit agar bereaksi dengan sempurna. Larutan sampel yang membentuk kompleks berwarna kuning diukur absorbansi menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 420 nm.

Cara yang sama dilakukan untuk akurasi konsentrasi sedang dengan menambahkan 5 mL larutan standar fosfor 40 mg/L, dan untuk akurasi konsentrasi tinggi dengan menambahkan 5 mL larutan standar fosfor 60 mg/L.

Ketangguhan Metode (*Ruggedness*)

Cara kerja pengujian ketangguhan metode sama seperti presisi antara, yang berbeda adalah saat pengolahan data dilakukan uji beda nyata yaitu uji F dan uji T.

Tahap Pengolahan Data

Data yang diperoleh dari hasil pengujian setiap parameter selanjutnya diolah secara statistika menggunakan program *Microsoft Excel* dengan rumus sebagai berikut:

Linieritas

Kurva kalibrasi dibuat dengan memplot data konsentrasi deret standar terhadap absorbansi sehingga akan diperoleh persamaan regresi linear $y = a + bx$. Nilai intersep (a), slope (b), dan koefisien korelasi (r) dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n y_i - (b \sum_{i=1}^n x_i)}{n}$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n x_i y_i - \left(\frac{\sum_{i=1}^n x_i \sum_{i=1}^n y_i}{n} \right)}{\sum_{i=1}^n x_i^2 - \left(\frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \right)^2}$$

$$r = \frac{\sum_{i=1}^n x_i y_i - \left(\frac{\sum_{i=1}^n x_i \sum_{i=1}^n y_i}{n} \right)}{\sqrt{\sum_{i=1}^n x_i^2 - \left(\frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \right)^2} \sqrt{\sum_{i=1}^n y_i^2 - \left(\frac{\sum_{i=1}^n y_i}{n} \right)^2}}$$

Keterangan :

- a = intersep (abs)
- b = slope (abs/mg/L)
- r = koefisien korelasi
- x_i = konsentrasi ke-i (mg/L)
- y_i = absorbansi ke-I (abs)
- i = 1, 2, 3, ..., n
- n = banyak ulangan

Limit Deteksi Metode dan Limit Kuantitasi

Data konsentrasi sampel pengujian limit deteksi metode dan limit kuantitasi yang diperoleh dari sepuluh kali ulangan kemudian dihitung nilai rata-rata absorbansi, limit deteksi metode, dan limit kuantitasnya dengan rumus sebagai berikut:

$$\bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^n y_i}{n}$$

$$C = \frac{\bar{y} - a}{b}$$

Kadar P_2O_5 (% b/b) sebagai LDM

$$= C \times \frac{mL \text{ ekstrak}}{1000} \times \frac{100}{mg \text{ contoh}} \times \frac{142}{190} \times FP \times FK$$

$$LK = 10 \times LDM$$

Keterangan:

- \bar{y} = rata-rata absorbansi dari sepuluh kali pengulangan (abs)
- C = konsentrasi sampel (mg/L)
- LDM = limit deteksi metode (% b/b)
- LK = limit kuantitasi (% b/b)
- 142 = bobot molekul P_2O_5 (g/mol)
- 190 = bobot molekul PO_4 dikalikan dua (g/mol)

Presisi Antara

Perhitungan kadar sampel presisi antara sama seperti perhitungan presisi riptabilitas, tetapi dilakukan perbandingan antara dua analisis yang berbeda.

Akurasi (Perolehan Kembali)

Data kadar sampel akurasi yang diperoleh dari sembilan kali ulangan kemudian dihitung nilai perolehan kembalinya dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Perolehan kembali (\%)} = \frac{C_3 - C_1}{C_2} \times 100\%$$

Keterangan :

- C_1 = konsentrasi P_2O_5 dalam sampel (mg/L)
- C_2 = konsentrasi *spike* yang ditambahkan (mg/L)
- C_3 = konsentrasi P_2O_5 dalam sampel + *spike* (mg/L)

Ketangguhan Metode (*Ruggedness*)

Uji F digunakan untuk membandingkan ragam (simpangan baku) dua populasi sebagai evaluasi presisi (ketelitian). Ragam kadar sampel ketegaran metode yang diperoleh dari populasi 1 dan populasi 2 kemudian diuji beda nyata menggunakan uji F dengan rumus sebagai berikut:

a. Hipotesis

Ho: $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$ (ragam populasi 1 tidak berbeda nyata dengan ragam populasi 2)

Hi : $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$ (ragam populasi 1 berbeda nyata dengan ragam populasi 2)

b. Statistik Hitung

$$F_{\text{hitung}} = \frac{SB_1^2}{SB_2^2}; SB_1^2 > SB_2^2$$

$$F_{\text{tabel}} = \alpha, db_1, db_2$$

$$\alpha = 5\% (0,05)$$

$$db_1 = n_1 - 1$$

$$db_2 = n_2 - 1$$

c. Kesimpulan

Jika $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$ maka terima Ho, artinya ragam populasi 1 tidak berbeda nyata dengan ragam populasi 2.

Jika $F_{\text{hitung}} \geq F_{\text{tabel}}$ maka tolak Ho, artinya ragam populasi 1 berbeda nyata dengan ragam populasi 2.

Keterangan:

- SB_1 = simpangan baku populasi 1 (% b/b)
- SB_2 = simpangan baku populasi 2 (% b/b)
- α = taraf nyata
- db_1 = derajat bebas populasi 1
- db_2 = derajat bebas populasi 2
- n_1 = jumlah data populasi 1
- n_2 = jumlah data populasi 2

Uji t digunakan untuk membandingkan rataan dua populasi sebagai evaluasi akurasi (ketepatan). Rataan kadar sampel ketangguhan metode yang diperoleh dari populasi 1 dan populasi 2 kemudian diuji beda nyata menggunakan uji t saling berpasangan formula 1 (apabila ragam populasi 1 tidak berbeda nyata dengan ragam populasi 2) dengan rumus sebagai berikut:

- Hipotesis $H_0: \mu_1 = \mu_2$ (rata-rata populasi 1 tidak berbeda nyata dengan rata-rata populasi 2)
- $H_1: \mu_1 \neq \mu_2$ (rata-rata populasi 1 berbeda nyata dengan rata-rata populasi 2)
- Statistik Hitung

$$s = \sqrt{\frac{(n_1 - 1) SB_1^2 + (n_2 - 1) SB_2^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

$$t_{hitung} = \frac{\left| \bar{x}_1 - \bar{x}_2 \right|}{s \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

$$t_{tabel} = \alpha, db$$

$$\alpha = 5\% (0,05)$$

$$db = n_1 + n_2 - 2$$

d. Kesimpulan

Jika $t_{hitung} < t_{tabel}$ maka terima H_0 , artinya rata-rata populasi 1 tidak berbeda nyata dengan rata-rata populasi 2. Jika $t_{hitung} \geq t_{tabel}$ maka tolak H_0 , artinya rata-rata populasi 1 berbeda nyata dengan rata-rata populasi 2.

Keterangan:

- s = simpangan baku gabungan (% b/b)
- SB_1 = simpangan baku populasi 1 (% b/b)
- SB_2 = simpangan baku populasi 2 (% b/b)
- \bar{x}_1 = rata-rata kadar populasi 1 (% b/b)
- \bar{x}_2 = rata-rata kadar populasi 2 (% b/b)
- n_1 = jumlah data populasi 1
- n_2 = jumlah data populasi 2
- α = taraf nyata
- db = derajat bebas

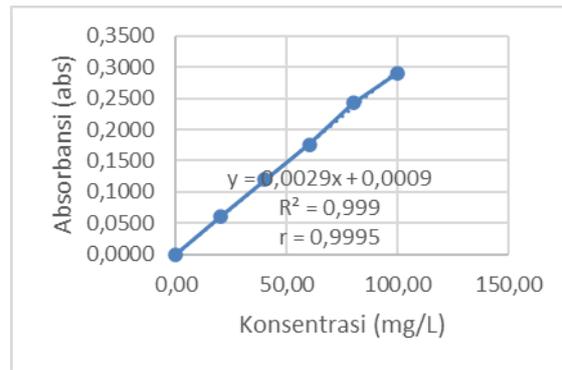
HASIL DAN PEMBAHASAN

Syarat keberterimaan dan hasil pengujian validasi metode penetapan kadar P_2O_5 dalam pupuk organik secara spektrofotometri sinar tampak untuk parameter linieritas, limit deteksi metode dan limit kuantisasi, presisi ripitabilitas, presisi antara, akurasi (perolehan kembali), dan ketanggihan metode (*ruggedness*) dapat dilihat pada Tabel 1.

Berdasarkan data pada Tabel 1, dapat dilihat bahwa seluruh parameter pengujian telah memenuhi syarat keberterimaan dan pembahasan setiap parameter akan diuraikan sebagai berikut:

Linieritas

Pengujian linieritas bertujuan mengetahui kemampuan metode analisis dalam memberikan respon yang proporsional (sebanding) antara konsentrasi analit dalam sampel dengan perubahan respon alat (absorbansi) pada rentang konsentrasi tertentu yang ditunjukkan melalui nilai koefisien korelasi (r). Pengujian dilakukan dengan mengukur deret standar dari konsentrasi rendah hingga tinggi yang masih memberikan respon linear, (Riyanto, 2014). Kurva kalibrasi standar dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva Kalibrasi Standar Fosfor

Berdasarkan Gambar 1, dapat dilihat bahwa persamaan regresi linier yang diperoleh dari pengujian linieritas fosfor adalah $y = 0,0029x + 0,0009$ dengan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9995. Nilai intersep (a) sebesar 0,0009 menunjukkan bahwa ketika konsentrasi fosfor 0 mg/L maka nilai absorbansinya sebesar 0,0009. Nilai *slope* (b) sebesar 0,0029 menunjukkan bahwa ketika konsentrasi fosfor naik satu satuan konsentrasi maka nilai absorbansinya naik sebesar 0,0029 kali. Nilai r yang mendekati satu menunjukkan bahwa terdapat hubungan kuat dan linear antara konsentrasi dan absorbansi pada rentang konsentrasi 20 mg/L, 40 mg/L, 60 mg/L, 80 mg/L, dan 100 mg/L. Nilai r yang positif (ditandai dengan kurva yang miring ke kanan) menunjukkan bahwa hubungan konsentrasi dan absorbansi berbanding lurus, artinya ketika konsentrasi naik maka absorbansinya juga akan naik. Nilai r tersebut telah memenuhi syarat keberterimaan, yaitu $r \geq 0,9950$ sehingga rentang konsentrasi tersebut dapat digunakan untuk validasi metode penetapan kadar P_2O_5 total dalam pupuk organik secara spektrofotometri sinar tampak pada panjang gelombang 420 nm.

Limit Deteksi Metode dan Limit Kuantitasi

Pengujian limit deteksi metode (LDM) dan limit kuantitasi (LK) bertujuan untuk mengetahui nilai LDM dan LK dari suatu metode. Pengujian dilakukan dengan mengukur blangko metode/pelarut sebanyak sepuluh kali ulangan. Hasil pengujian limit deteksi metode dan limit kuantitasi dapat dilihat pada Tabel 2.

Berdasarkan data pada Tabel 2, nilai limit deteksi metode sebesar 0,0276 b/b%. Nilai tersebut menunjukkan bahwa kadar analit paling terendah yang masih dapat ditetapkan dengan suatu metode dan masih dapat dipertanggungjawabkan, serta hasil ukur sampel yang berada dibawah nilai tersebut dianggap sudah tidak akurat lagi dan merupakan *noise* sehingga tidak dapat dipercaya sebagai respon dari analit. Nilai limit deteksi metode (LDM) didapat melalui konfirmasi nilai *slope* dari kurva kalibrasi pengujian akurasi dengan cara pengukuran blangko metode sebanyak sepuluh kali. Nilai tersebut didapatkan dengan cara mengalikan sepuluh ke nilai LDM.

Tabel 1. Hasil Validasi Penetapan Kadar P₂O₅ Total dalam Pupuk Organik

Parameter	Hasil Pengujian	Syarat Keberterimaan	Keterangan
Linieritas	0,9995	$r \geq 0,9950$	Memenuhi
Limit Deteksi Metode	0,0276 %b/b	-	-
Limit Kuantitasi	0,2761 %b/b	-	-
Presisi Ripitabilitas (%SBR)	1,81 %b/b < 2,82 %b/b	%SBR < 2/3 KV Horwitz	Memenuhi
Presisi Antara (%SBR)	1,83 %b/b < 2,82 %b/b dan	%SBR < 2/3 KV Horwitz	Memenuhi
Akurasi (% Perolehan kembali)	1,81 %b/b < 2,82 %b/b (100,98 – 109,71) %	Perolehan kembali (90-110)%	Memenuhi
Ketangguhan Metode (Ruggedness)	1,00 < 3,18	Uji F: $F_{hitung} < F_{tabel}$	Memenuhi
	1,96 < 2,10	Uji T: $T_{hitung} < T_{tabel}$	Memenuhi

Tabel 2. Hasil Pengujian Limit Deteksi Metode dan Limit Kuantitasi

No Sampel	Abs	Konsentrasi (mg/L)	Kadar (%b/b)
1	0,0081	2,7609	0,0413
2	0,0095	3,2496	0,0486
3	0,0118	4,0524	0,0606
4	0,0083	2,8307	0,0423
5	-0,0011	-0,4505	-0,0067
6	0,0007	0,1779	0,0027
7	0,0064	2,1675	0,0324
8	0,0047	1,5741	0,0235
9	0,0012	0,3524	0,0053
10	0,0052	1,7486	0,0261
LDM	0,0055	1,8463	0,0276
LK			0,2761

Limit kuantitasi (LK) adalah batas kepercayaan atau konsentrasi analit terendah yang dapat diukur dengan metode uji tersebut dan dapat dipertanggungjawabkan secara akurat dan teliti (Harmita, 2004). Nilai LK adalah sebesar 0,2761 %b/b, nilai ini menunjukkan kadar analit terendah yang masih bisa terbaca jelas dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima, artinya pengukuran di dibawah nilai tersebut tidak dapat dipertanggungjawabkan. Oleh karena itu, disarankan pengukuran sampel berada di atas nilai limit kuantitasi.

Presisi Ripitabilitas

Pengujian presisi ripitabilitas bertujuan mengetahui kedekatan nilai ulangan yang diperoleh dari serangkaian pengukuran menggunakan sampel, metode, analisis, peralatan, dan laboratorium yang sama dalam interval waktu yang singkat yang ditunjukkan melalui nilai persen Simpangan Baku Relatif (%SBR). Nilai %SBR ini dibandingkan dengan 2/3 KV Horwitz. Hasil pengujian presisi ripitabilitas dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Pengujian Presisi Ripitabilitas

No	Konsentrasi (mg/L)	Kadar (%b/b)
1	41,8542	0,67
2	42,8717	0,68
3	42,1700	0,67
4	42,5910	0,68
5	41,6788	0,67
6	43,1875	0,69
7	43,7489	0,70
8	43,7839	0,70
9	43,4331	0,69
10	43,9594	0,70
Rata-rata		0,69
SB		0,01
%SBR		1,81
KV Horwitz		4,23
2/3 KV Horwitz		2,82
Hasil	1,81 %b/b < 2,82	
Syarat Keberterimaan : %SBR < 2/3 KV Horwitz		

Berdasarkan hasil yang tertera pada Tabel 3, didapatkan hasil simpangan baku (SB) sebesar 0,01 %b/b dan nilai persen Simpangan Baku Relatif (%SBR) sebesar 1,81 %b/b. Nilai %SBR yang didapat berada dibawah nilai 2/3 KV Horwitz yaitu 2,82 artinya syarat keberterimaan untuk presisi ripitabilitas terpenuhi dan menunjukkan bahwa data yang dihasilkan memiliki ketelitian tinggi. Menurut Sumardi (2002), nilai %SBR dengan rentang 1% < SBR < 2% menunjukkan bahwa pengujian menghasilkan data dengan tingkat ketelitian tinggi.

Perbedaan nilai dari setiap ulangan menunjukkan adanya kesalahan acak yaitu sumber kesalahan tidak tertelusur, tidak dapat dikendalikan, dan berulang, seperti ketidakstabilan neraca saat penimbangan serta variasi suhu, kelembaban, dan tekanan udara pada saat preparasi larutan sampel. Kesalahan acak pada pengujian ini tidak memberikan pengaruh besar terhadap hasil dan dibuktikan dengan hasil pengujian yang masih memenuhi syarat keberterimaan.

Tabel 4. Hasil Pengujian Presisi Antara

No	Analisis A		Analisis B	
	Konsentrasi (mg/L)	Kadar (%b/b)	Konsentrasi (mg/L)	Kadar (%b/b)
1	41,1876	0,66	41,8542	0,67
2	40,7665	0,65	42,8717	0,68
3	41,4683	0,66	42,1700	0,67
4	43,1524	0,69	42,5910	0,68
5	42,7664	0,68	41,6788	0,67
6	42,6612	0,68	43,1875	0,69
7	42,2402	0,68	43,7489	0,70
8	42,0998	0,67	43,7839	0,70
9	43,2226	0,69	43,4331	0,69
10	42,4507	0,68	43,9594	0,70
Rata-rata		0,68		0,69
SB		0,01		0,01
%SBR		1,83		1,81
KV Horwitz		4,24		4,23
2/3 KV Horwitz		2,82		2,82
Hasil	1,83% < 2,82		1,81% < 2,82	

Syarat Keberterimaan : %SBR < 2/3 KV Horwitz

Tabel 5. Hasil Pengujian Akurasi (Perolehan Kembali)

Spike (%)	Konsentrasi P ₂ O ₅ dalam sampel (mg/L) (C ₁)	Konsentrasi P ₂ O ₅ dalam sampel + spike (mg/L) (C ₃)	FP	Konsentrasi Spike yang ditambahkan (mg/L) (C ₂)	Konsentrasi Spike sesungguhnya (mg/L)	Perolehan Kembali (%)
25	42,5647	52,9601	2	20	20,79	103,95
		52,7224			20,32	101,58
		52,6884			20,25	101,24
50	42,5647	63,4874	2	40	41,85	104,61
		63,9289			42,73	106,82
		64,5062			43,88	109,71
75	42,5647	72,5885	2	60	60,05	100,98
		73,1318			61,13	101,89
		73,0300			60,93	101,55
Rata-rata					103,49	
% Perolehan Kembali Maksimum					109,71	
% Perolehan Kembali Minimum					100,98	
Syarat Keberterimaan :					(90-110)%	

Tabel 6. Hasil Pengujian Ketangguhan Metode (*Ruggedness*)

Uji F		Uji t	
Banyaknya data	10	s gabungan	0,01
F _{hitung}	1,00	t _{hitung}	1,96
F _{tabel}	3,18	t _{tabel}	2,10
Kesimpulan : 1,00 < 3,18		Kesimpulan : 1,96 < 2,10	
Syarat Keberterimaan : F _{hitung} < F _{tabel}		Syarat Keberterimaan : t _{hitung} < t _{tabel}	

Presisi Antara

Presisi suatu analisis adalah kedekatan satu hasil dengan yang lainnya pada serangkaian pengujian. Pada pengujian ini, presisi ditetapkan berdasarkan uji antara yaitu dengan menguji sampel yang sama dalam kondisi dan hari yang berbeda serta dengan analisis yang berbeda pula. Hasil pengujian presisi antara dapat dilihat pada Tabel 4.

Berdasarkan hasil yang tertera pada Tabel 4, simpangan baku (SB) yang didapat untuk analisis A adalah 0,01 dan analisis B adalah 0,01. Untuk nilai simpangan baku relatif (%SBR) analisis A adalah 1,83 %b/b dan untuk analisis B adalah 1,81 %b/b. Nilai dari kedua analisis ini berada dibawah nilai $2/3$ KV Horwitz yaitu 2,82 maka presisi antara terpenuhi dan menunjukkan bahwa data yang dihasilkan memiliki ketelitian tinggi. Hasil ini juga menunjukkan metode penetapan kadar P_2O_5 total dalam pupuk organik secara spektrofotometri sinar tampak dapat digunakan oleh analisis yang berbeda dan hari yang berbeda.

Akurasi (Perolehan Kembali)

Pengujian akurasi bertujuan mengetahui derajat kedekatan antara kadar hasil analisis sampel sebelum ditambahkan *spike* dengan kadar hasil analisis yang telah ditambahkan *spike*. Pengujian dilakukan dengan mengukur sampel berdasarkan hasil uji presisi antara yang telah ditambahkan *spike* larutan standar dengan tiga level konsentrasi (20 mg/L untuk konsentrasi rendah, 40 mg/L untuk konsentrasi sedang, dan 60 mg/L untuk konsentrasi tinggi) masing-masing sebanyak tiga kali ulangan. Hasil pengujian akurasi dapat dilihat pada Tabel 5.

Berdasarkan data pada Tabel 5, nilai persen perolehan kembali terletak pada rentang (100,98 – 109,71)%. Hasil yang didapatkan telah memenuhi syarat keberterimaan, yaitu nilai perolehan kembali (90 – 110)%. Hal ini menginformasikan bahwa kadar P_2O_5 dalam pupuk organik memberikan hasil yang akurat.

Nilai perolehan kembali P_2O_5 yang cenderung lebih dari 100% menunjukkan adanya kesalahan sistematis yaitu sumber kesalahan tertelusur, dapat dikendalikan, dan berulang pada hal yang sama dan berasal dari adanya kontaminan (pengotor) yang berasal dari pelarut maupun zat lain yang ikut terukur karena memiliki kesamaan karakter dengan analit. Kesalahan sistematis pada pengujian ini tidak memberikan pengaruh besar terhadap hasil. Hal ini dibuktikan dengan hasil pengujian yang masih memenuhi syarat keberterimaan.

Ketangguhan Metode (*Ruggedness*)

Ketangguhan metode adalah derajat ketertiruan hasil uji yang diperoleh dari analisis sampel yang sama dalam berbagai kondisi uji normal, seperti laboratorium, analisis, instrumen, bahan pereaksi, suhu, dan hari yang berbeda. Ketangguhan biasanya dinyatakan sebagai tidak adanya pengaruh perbedaan operasi atau lingkungan kerja pada hasil uji (Riyanto, 2014). Pengujian ketangguhan metode

dilakukan sebanyak sepuluh kali ulangan untuk masing-masing analisis. Kadar yang didapat dari masing-masing analisis dibandingkan ragamnya dengan uji F dan rataannya dengan uji t.

Berdasarkan data pada Tabel 6, dapat dilihat bahwa hasil uji F dan uji t pada pengujian ketangguhan metode diperoleh nilai $F_{hitung} < F_{tabel}$ dan $t_{hitung} < t_{tabel}$ dengan nilai $F_{hitung} (1,00) < F_{tabel} (3,18)$ dan $t_{hitung} (1,96) < t_{tabel} (2,10)$ sehingga ragam dan rata-rata hasil analisis antara analisis 1 tidak berbeda nyata dengan ragam dan rata-rata hasil analisis 2. Kedua hasil tersebut menunjukkan bahwa metode penetapan kadar P_2O_5 dalam pupuk organik memberikan hasil ketertiruan antar analisis yang seksama dibawah kondisi normal karena memberikan hasil yang optimal.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil pengujian yang telah dilakukan, didapatkan hasil parameter linieritas dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,9995, limit deteksi metode sebesar 0,0276 %b/b dan limit kuantitasi sebesar 0,2761 %b/b, presisi ripitabilitas dengan nilai %SBR sebesar 1,81 %b/b, presisi antara dengan nilai %SBR sebesar 1,83 %b/b dan 1,81 %b/b, nilai persen perolehan kembali sebesar (100,98 – 109,71)%, serta uji ketangguhan memberikan uji F dan uji t antar analisis yang tidak berbeda nyata dengan diperoleh nilai F hitung $(1,00) < F_{tabel} (3,18)$ dan t hitung $(1,96) < t_{tabel} (2,10)$, sehingga hasil validasi metode penetapan kadar P_2O_5 dalam pupuk organik memenuhi syarat keberterimaan yang ditetapkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Atmojo, S. W. (2003). *Peran C-Organik Terhadap Kesuburan Tanah Dan Upaya Pengelolaannya*. Usm-Press. Surakarta.
- Day, R.A., Underwood, A.L. (2002). *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi Keenam. Diterjemahkan Oleh Dr. Ir. Iis Sopyan, M.Eng. Erlangga. Jakarta.
- Engelstad, O. P. (1997). *Teknologi Dan Penggunaan Pupuk*. Edisi Ketiga. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.
- Hanafiah, K. A. (2005). *Dasar-Dasar Ilmu Tanah*. Raja Grafindo. Jakarta.
- Hardjowigeno, S. (2007). *Ilmu Tanah*. Edisi Keenam. Akademika Pressindo. Jakarta.
- Harmita. (2004). *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya*. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. Departemen Farmasi FMIPA UI. 1:117-135.
- Huber, L. (2010). *Validation of Analytical Methods*. Agilent Technologies. Germany.
- Isnaeni, D. (2015). *Penentuan Kadar P_2O_5 Dalam Pupuk Npk Phonska I Dengan Membandingkan Dua Metode Uji Pada Spektrofotometer UV-Vis*. Laporan Praktikum

- Kerja Lapang (Pkl). Universitas Negeri Semarang. Semarang.
- Isnaini, M. (2006). *Pertanian Organik*. Cetakan Pertama. Kreasi Warna. Yogyakarta.
- Khopkar, S. M. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Diterjemahkan Oleh A. Saptorahardjo. UI Press. Jakarta.
- Krishnaveni, M. S. (2010). *Studies On Phosphate Solubilizing Bacteria(Psb)In Rhizosphere And Non-Rhizosphere Soils In Different Varieties Of Foxtails Millet (Setaria Italica.)*. Intl J Agric Food Sci Tech. 1:23-29.
- Peraturan Menteri Pertanian. (2006). *Peraturan Menteri Pertanian Nomor : 02/Pert/Hk.060/2/2006 Tentang Pupuk Organik Dan Pembenah Tanah*. Departemen Pertanian. Bogor.
- Riyanto. (2014). *Validasi Dan Verifikasi Metode Uji: Sesuai Dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian Dan Kalibrasi*. Edisi Keenam. Deepublish. Yogyakarta.
- Sumardi. (2002). *Validasi Metode Pengujian*. Pusat Standardisasi Dan Akreditasi Jenderal Departemen Pertanian. Jakarta.
- Suriadiakarta, D.A., Simanungkalit, R.D. M. (2006). *Pupuk Organik Dan Pupuk Hayati*. Balai Besar Litbang Sumberdaya Lahan Pertanian, Badan Penelitian Dan Pengembangan Pertanian. Bogor.