

BAB III

METODELOGI PENELITIAN

3.1 Alat

Alat yang digunakan untuk penelitian ini adalah labu ukur 100 (borosil), dan 500 mL (iwaki), pipet volume 5, 10, 15, 20 mL (iwaki), pipet tetes, pipet ukur 25 mL (iwaki), bola hisap, corong, neraca analitik *Mettler Toledo Level Balances*, beaker gelas 100 mL (iwaki), krus porselin 100 mL, , spektrofotometer UV – Visibel *Shimadzu 17A12065402280 CD*

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel pupuk urea, dan pereaksi yaitu larutan *Copper Complex* yang terbuat dari campuran dari g K- Na Tartrat ($K.Na.C_4H_4O_6.4H_2O$), NaOH 0.8%, dan $CuSO_4$, aquadest, dan standar biuret

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan *Copper Complex*

Pembuatan *Copper Complex* dibuat dengan cara melarutkan 400 g K- Na Tartrat ($K.Na.C_4H_4O_6.4H_2O$) kedalam 4 L larutan NaOH 0,8 % , larutan A, dan melarutkan 100 g $CuSO_4.5H_2O$ dengan 1 L NaOH 0,8 % sebagai larutan B, kemudian mencampurkan larutan A dan B dan diencerkan 10 L menggunakan NaOH 0,8 %. Pembuatan *Copper Complex* ini bertujuan sebagai pereaksi biuret yang nantinya jika direaksikan dengan biuret akan membentuk warna biru lembayung sehingga dapat dibaca menggunakan spektrofotometer UV-Visibel.

3.3.2 Pembuatan Larutan Standar Biuret

Larutan standar biuret dibuat dengan cara menimbang 2 g biuret yang telah dikeringkan selama 3 jam pada suhu $110^\circ C$ dan mengencerkannya pada labu ukur 500 mL dengan akuades sehingga mendapatkan konsentrasi 4 mg/mL.

3.3.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan cara memipet larutan standar dengan variasi 0, 5, 10, 15, 20, dan 25 mL kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL yang sudah disiapkan. Setelah pipetan ditambahkan 40 mL *Copper Complex* pada masing- masing labu ukur yang berisi larutan standar kemudian tera larutan

menggunakan akuades sampai tanda batas, bagi metode *Analytical Manual M-204 Toyo Engineering Corporation* sampel langsung dibaca pada spektrofotometri UV-Visibel pada panjang gelombang 530 nm menggunakan kuvet 10 mm, sedangkan pada metode Instruksi Kerja Analisis biuret sampel yang telah ditambahkan *Copper Complex* sampel didiamkan selama 30 menit setelah itu dibaca pada spektrofotometer UV-Visible pada panjang gelombang 530 nm menggunakan kuvet 50 mm.

3.3.4 Penentuan Konsentrasi Biuret

Konsentrasi biuret dalam sampel urea ditentukan dengan cara menimbang dengan teliti 5 g sampel urea kemudian ditambahkan 40 mL larutan *Copper Complex* setelah itu dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditera menggunakan akuades sampai tanda batas. Larutan yang sudah ditera kemudian digojog hingga homogen setelah itu larutan dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 530 nm pada spektrofotometer UV-Visibel menggunakan kuvet 10 mm. Pengulangan uji sampel dilakukan sebanyak 5 kali pengulangan pada perlakuan yang sama. Untuk larutan spike dibuat dengan cara menimbang sampel urea sebanyak 5 g kemudian ditambahkan larutan *Copper Complex* sebanyak 40 mL dan ditambahkan 2 mL larutan standar biuret 4 mg/mL bagi metode *Analytical Manual M-204 Toyo Engineering Corporation* sampel langsung dibaca pada spektrofotometri UV-Visibel pada panjang gelombang 530 nm menggunakan kuvet 10 mm, sedangkan pada metode Instruksi Kerja Analisis sampel yang telah ditambahkan *Copper Complex* sampel didiamkan selama 30 menit setelah itu dibaca pada spektrofotometer UV-Visible pada panjang gelombang 530 nm menggunakan kuvet 50 mm.

3.3.5 Penentuan Spike

Sampel urea ditimbang 5 g setelah itu dilarutkan menggunakan akuades. Dimbahkan dengan 2 % larutan standar biuret 4 mg/mL kemudian ditambahkan 40 mL larutan *Copper Complex*. Setelah ditambahkan *Copper Complex* larutan ditera menggunakan akuades sampai tanda batas bagi *Analytical Manual M-204 Toyo Engineering Corporation* sampel langsung dibaca pada spektrofotometri UV-Visibel pada panjang gelombang 530 nm menggunakan kuvet 10 mm, sedangkan

pada metode Instruksi Kerja Analisis sampel yang telah ditambahkan *Copper Complex* sampel didiamkan selama 30 menit setelah itu dibaca pada spektrofotometer UV-Visible pada panjang gelombang 530 nm menggunakan kuvet 50 mm.

Perhitungan

mg kurva=kadar dari kurva (ppm)x volume total(L)

$$\% \text{Biuret} = \frac{\text{mg kurva}}{\text{mg sampel yang ditimbang}} \times 100$$

Referensi :

Analisis of Fertilizer (japan)

Analytical Manual M-204 Toyo Engineering Corporation

Standar National Indonesia 2801:2010 (Metode DSM 135 E,1973)

3.3.6 Uji Perbandingan Metode

Uji perbandingan metode dilakukan untuk mengetahui perbedaan signifikan dari hasil yang didapat pada masing-masing metode. Pengujian ini menggunakan uji F untuk membandingkan dua simpangan baku dari hasil pengujian. Jika nilai F hitung < nilai F tabel maka H_0 diterima dan H_a ditolak yang berarti dapat disimpulkan bahwa metode hasil uji tidak berbeda signifikan, sedangkan apabila nilai F hitung > nilai F tabel maka H_0 ditolak dan H_a diterima yang berarti terdapat perbedaan signifikan terhadap hasil yang diperoleh.

$$F_{\text{hitung}} = \frac{sd_1^2}{sd_2^2} \text{ dengan catatan bahwa } sd_1 > sd_2$$

Keterangan :

F_{hitung} = hasil uji F berdasarkan perhitungan

sd_1 = simpangan baku yang memiliki nilai lebih besar

sd_2 = simpangan baku yang memiliki nilai lebih kecil

3.3.7 Uji Homogenitas

Uji Homogenitas adalah suatu prosedur uji statistik yang dimaksudkan untuk memperlihatkan bahwa dua atau lebih kelompok data sampel berasal dari populasi yang memiliki variansi yang sama. Hasil uji jika nilai F hitung < nilai F tabel maka H_0 diterima dan H_a ditolak yang berarti dapat disimpulkan bahwa sampel

tersebut homogen, sedangkan apabila nilai F hitung > nilai F tabel maka Ho ditolak dan Ha diterima yang sampel tidak homogen.

$$F = MSB / MSW$$

$$MSB = \frac{\sum(ai + bi) - \text{rerata}(ai + bi)^2}{2(n - 1)}$$

$$MSW = \frac{\sum(ai - bi) - \text{rerata}(ai + bi)^2}{2n}$$

Keterangan :

MSB = *mean square between*

MSW = *mean square within*

3.3.7 Uji Stabilitas

Uji stabilitas didapat dari *Control Chart* yang merupakan suatu teknik yang dikenal sebagai metode grafik yang digunakan untuk mengevaluasi kualitas dari sampel acuan dan mengevaluasi kinerja alat. Data yang dipakai untuk pembuatan *Control Chart* ialah hasil biuret selama 4 hari. Hasil *Control Chart* didapat dengan menentukan *upper control limit* (UCL), *center line* (CL), dan *lower control limit* (LCL).

$$UCL = \bar{x} + (3 \times SD)$$

$$CL = \bar{x} \text{ data}$$

$$LCL = \bar{x} - (3 \times SD)$$

Keterangan :

\bar{x} = rerata kadar

SD = standar deviasi