

LAPORAN TUGAS AKHIR

**ANALISIS KADAR NITROGEN DALAM DAUN JATI
MENGUNAKAN METODE KJELDAHL
DI LABORATORIUM BALAI PENGAJIAN TEKNOLOGI
PERTANIAN YOGYAKARTA**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli
Madya Sains (A.Md.Si) Analis Kimia Program Studi D III Analisis Kimia**



Disusun Oleh :

Fisnah

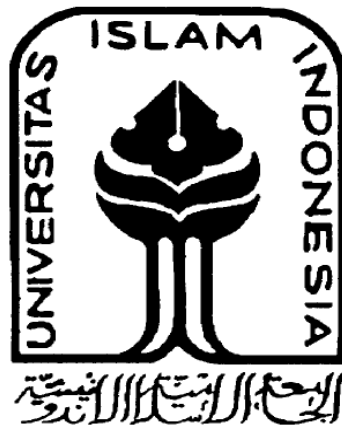
NIM : 17231010

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN IMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2022**

LAPORAN TUGAS AKHIR

**ANALISIS KADAR NITROGEN DALAM DAUN JATI
MENGUNAKAN METODE KJELDAHL
DI LABORATORIUM BALAI PENKKAJIAN TEKNOLOGI
PERTANIAN YOGYAKARTA**

***ANALYSIS OF NITROGEN IN TEAK LEAVES
USING KJELDAHL METHOD
AT BALAI PENKKAJIAN TEKNOLOGI PERTANIAN
LABORATORY YOGYAKARTA***



Disusun Oleh :

**Fisnah
NIM : 17231010**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN IMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2022**

**HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR**

**ANALISIS KADAR NITROGEN DALAM DAUN JATI
MENGUNAKAN METODE KJELDAHL
DI LABORATORIUM BALAI PENGAJIAN TEKNOLOGI
PERTANIAN YOGYAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

FISNAH

NIM: 17231010

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir
Program Studi DIII Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Pada tanggal 19 januari 2022

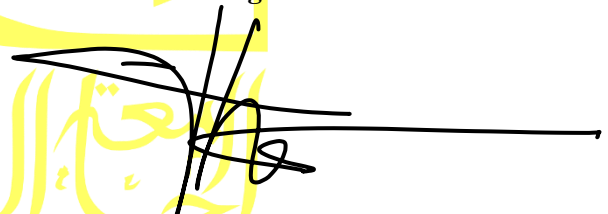
Menyetujui,

Ketua Program Studi

Pembimbing



Tri Esti Purbaningtias, S.Si, M.Si
NIK: 132311102



Thorikul Huda, S.Si, M.Sc.
NIK: 052316003

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR
ANALISIS KADAR NITROGEN DALAM DAUN JATI
MENGGUNAKAN METODE KJELDAHL
DI LABORATORIUM BALAI PENGKAJIAN TEKNOLOGI
PERTANIAN YOGYAKARTA

Dipersiapkan dan disusun oleh:


FISNAH

NIM: 17231010


Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 19 Januari 2022

Susunan Tim Penguji


Pembimbing/Penguji


Thorikul Huda, M. Sc.
NIK. 052316003

Penguji 1

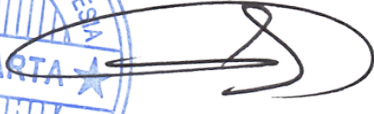

Kuntari, M. Sc.
NIK. 162310401

Penguji II


Puji Kurniawati, M. Sc.
NIK. 132311103

Mengetahui,
Dekan Fakultas MIPA UII




Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.
NIK. 006120101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak ditemukan bagian yang pernah dipergunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Science atau gelar lainnya di Perguruan Tinggi manapun dan sepengetahuan saya tidak didapatkan bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka. Saya mengizinkan sebagai pengutipan karya ilmiah ini sebagai pembelajaran setelah karya ini diterbitkan.

Yogyakarta, 7 April 2022

Penyusun



Fisnah

MOTTO

“Wahai orang-orang yang beriman jika kamu menolong (agama) Allah, niscaya Allah akan menolongmu dan meneguhkan kedudukanmu”.

(Q.S. Muhammad : 7)

“Sesungguhnya Allah tidak akan mengubah keadaan suatu kaum sebelum mereka mengubah keadaan diri mereka sendiri”

(Q.S.Ar-Rad:11)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah puji syukur atas rahmat dan karunia-Nya Tugas Akhir ini dapat diselesaikan dengan baik. Tugas Akhir ini penulis persembahkan untuk :

1. Bapak, ibu dan keluarga yang selalu mendoakan, membimbing, dan mendukung saya dari kecil hingga saat ini.
2. Dosen dan Staff Program Studi DIII Analisis Kimia atas didikan dan bimbingannya selama ini.
3. Teman-teman seperjuangan Progran Studi DIII Analisis Kimia angkatan 2017 yang banyak memberikan saran dan motivasi, terima kasih atas dukungannya selama ini. Dan kebersamaan yang telah digapai selama ini semoga menjadi kenangan terindah yang tidak terlupakan.
4. Teman kosan wisma melati nova deni, uci dan risa
5. Sahabatku Dewi novita lestari yang selalu mendukung aku dalam keadaan apapun.
6. Teman penelitianku Aulia, wildan dan ibi terimakasih telah membantu aku selama penelitian.
7. Pak Widodo, Pak Sri, dan seluruh staff Lab BPTP Yogyakarta terimakasih telah membantu aku selama penelitian

KATA PENGANTAR



Allhamdulillah, segala puji hanya milik Allah SWT yang telah melimpahkan segala nikmat dan karuni-Nya sehingga Tugas Akhir dengan judul ” Analisis Kadar Nitrogen dalam Daun Jati Menggunakan Metode Kjeldahl di Laboratorium Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta” ini dapat penulis selesaikan dengan baik dan lancar. Sholawat serta salam tetap tercurah kepada Baginda Nabi Muhammad SAW, keluarga, sahabat, tabi’in dan para pengikutnya hingga akhir zaman Aamiin.

Tugas Akhir ini disusun untuk memenuhi persyaratan memperoleh gelar Ahli Madya Sains Universitas Islam Indonesia. Penulis menyadari bahwa Tugas Akhir ini masih banyak kekurangannya, hal tersebut dikarenakan keterbatasan ilmu yang penulis miliki. Penulis mengharapkan kritikan dan saran dari pembaca untuk memperbaiki Tugas Akhir ini, agar lebih baik lagi. Semoga Tugas Akhir ini dapat berguna, khususnya bagi dunia pendidikan.

Dalam penulisan Laporan Tugas Akhir ini, penulis banyak mendapat bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Allah ‘Azza wa Jalla atas segala Rahmat dan Hidayah-Nya hingga Tugas Akhir ini dapat terselesaikan dengan baik.
2. Bapak Prof. Fathul Wahid, S.T., M.Sc., Ph.D. selaku Rektor Universitas Islam Indonesia.
3. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si, M.Si selaku Ketua Program Studi DIII Analisis Kimia.
5. Bapak Thorikul Huda, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing I yang telah meluangkan waktu serta dengan penuh kesabaran telah memberikan bimbingan dalam penyusunan Tugas Akhir.
6. Segenap Ibu dan Bapak Dosen Program Studi DIII Analisis Kimia atas didikan dan bimbingannya selama ini.

7. Ayahanda dan ibunda tercinta yang dengan penuh kesabaran dan pengorbanannya selalu memberikan dorongan, bantuan material maupun non material agar penulis dapat menyelesaikan studi.
8. Karyawan dan karyawati Balai Pengkajian dan Penelitian Teknologi Pertanian Yogyakarta yang telah memberikan izin kepada penulis untuk mengadakan penelitian dan telah banyak membantu dalam rangka penyusunan Tugas Akhir ini.
9. Terimakasih kepada teman-teman seperjuangan Progran Studi DIII Analisis Kimia angkatan 2017 yang banyak memberikan saran dan motivasi, terima kasih atas dukungannya selama ini. dan kebersamaan yang telah dicapai selama ini semoga menjadi kenangan terindah yang tidak terlupakan.
10. Semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu, terimakasih atas bantuan dan dukungannya.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
MOTTO.....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
INTISARI.....	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	2
1.3. Tujuan.....	3
1.4. Manfaat Penelitian.....	3
BAB II DASAR TEORI.....	4
2.1. Profil Balai Pengkajian Teknologi Pertanian.....	4
2.1.1 Sejarah singkat	4
2.1.2 Visi balai pengkajian teknologi pertanian Yogyakarta	5
2.1.3 Misi balai pengkajian teknologi pertanian Yogyakarta	6
2.1.4 Fungsi balai pengkajian teknologi pertanian Yogyakarta.....	6
2.1.5 Sarana pendukung.....	6
2.2. Daun Jati	7
2.3. Nitrogen (N).....	8
2.4. Metode Kjeldahl.....	9
2.4.1 Destruksi	9
2.4.2 Destilasi.....	10

2.4.3 Titrasi.....	11
2.5. Parameter Pengujian.....	12
2.5.1 Presisi.....	12
2.5.2 Akurasi.....	13
2.6. Ketidakpastian Pengukuran	13
BAB III METODOLOGI.....	16
3.1. Alat	16
3.2. Bahan.....	16
3.3. Prosedur Kerja.....	16
3.3.1 Pembuatan larutan baku H ₂ SO ₄ 4 N	16
3.3.2 Pembuatan larutan baku H ₂ SO ₄ 0,050 N.....	16
3.3.3 Penentuan kadar air.....	16
3.3.4 Analisis nitrogen total.....	17
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	18
4.1. Penentuan kadar nitrogen total.....	18
4.2. Penentuan kadar air	20
4.3. Penentuan akurasi.....	21
4.4. Penentuan presisi.....	22
4.5. Estimasi ketidakpastian	23
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	26
5.1. Kesimpulan	26
5.2. Saran	26
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Rangkaian Proses Destruksi	10
Gambar 2.2 Rangkaian Proses Destilasi	11
Gambar 2.3 Rangkaian Proses Titrasi.....	11
Gambar 4.1 Diagram Tulang Ikan Penentuan Kadar N pada Contoh Daun Jati.....	24
Gambar 4.2 Kurva Evaluasi Ketidakpastian Pengukuran	26

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Nilai Persen Akurasi Berdasarkan Nilai Konsentrasi Sampel	13
Tabel 4.1 Kadar Nitrogen Total dan <i>Spike</i>	20
Tabel 4.2 Faktor Koreksi dan Kadar Air	21
Tabel 4.3 Nilai Akurasi	21
Tabel 4.4 Nilai Presisi	22
Tabel 4.5 Nilai Ketidakpastian Pengukuran	25

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Pembuatan Larutan Standar H_2SO_4 0,04 N	27
Lampiran 2. Penentuan Faktor Koreksi	28
Lampiran 3. Penentuan Kadar Nitrogen Total dalam Sampel.....	29
Lampiran 4. Penentuan Kadar spike	30
Lampiran 5. Penentuan Akurasi	31
Lampiran 6. Penentuan Presisi	32
Lampiran 7. Penentuan Estimasi Ketidakpastian	33

**ANALISIS KADAR NITROGEN DALAM DAUN JATI
MENGUNAKAN METODE KJELDAHL
DI LABORATORIUM BALAI PENGAJIAN TEKNOLOGI
PERTANIAN YOGYAKARTA**

Fisnah

Program Studi Diploma III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia
Jln. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta
Email: fisnah32@gmail.com

INTISARI

Telah dilakukan pengujian analisis nitrogen dalam sampel daun jati untuk mengetahui kadar nitrogen total dalam sampel dengan menggunakan metode kjedahl. Pengujian ini juga dilengkapi dengan dengan beberapa parameter metode analisis yang terdiri dari presisi, akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran. Prinsip metode kjedahl ialah N-organik diubah menjadi nitrogen anorganik seperti NH_4^+ atau NO_3 melalui proses destruksi, destilasi dan titrasi. Berdasarkan analisis nitrogen total menggunakan metode kjedahl diperoleh hasil kadar nitrogen total dalam sampel sebesar 1,29 % dan kadar sampel ditambah *spike* sebesar 1,86 %, sedangkan nilai presisi (% RSD) 0,0108 %, akurasi (%*Recovery*) 95 %, Estimasi ketidakpastian gabungan sebesar 0,0034 dan ketidakpastian diperluas sebesar 0,0070. Hal ini menunjukkan hasil yang baik karena memenuhi syarat keberterimaan.

Kata kunci: daun jati, nitrogen, metode kjedahl

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Jati (*Tectona grandis* Linn.f) merupakan salah satu jenis kayu tropis yang sangat populer di industri perindustri karena kekuatan dan keindahan seratnya yang menjadi faktor kayu jati memiliki kualitas dan nilai jual yang sangat tinggi. Ciri-ciri pohon jati biasanya memiliki ukuran pohon yang besar, batang lurus dengan ketinggian antara 30 – 40 meter sehingga sering digunakan untuk bahan mebel seperti lemari, kursi, lantai kayu dan sebagainya. Bentuk daunnya besar, bulat telur, letaknya saling berhadapan, dengan tangkai pendek, berbulu halus dan mempunyai rambut kelenjar di permukaan bawahnya. Daun jati mudah berwarna kemerahan dan mengeluarkan getah berwarna merah darah apabila diremas, sedangkan daun jati tua berwarna hijau tua keabu-abuan. Daun jati dapat digunakan sebagai pembungkus makanan, obat herbal dan pewarna dalam pengolahan makanan (Sumarna, 2004).

Setiap makhluk hidup membutuhkan zat makanan (nutrisi) untuk bertumbuh dan berkembang, salah satunya tanaman Jati membutuhkan zat makanan (nutrisi) seperti cahaya, air, dan unsur hara (makro dan mikro) yang berasal dari tanah. Unsur hara makro ialah unsur-unsur hara yang dibutuhkan tumbuhan dalam jumlah yang relatif besar seperti Nitrogen (N), Fosfor (P), Kalium (K), Magnesium (Mg), kalsium (Ca) dan belerang (S). Unsur mikro adalah unsur yang diperlukan tanaman dalam jumlah sedikit seperti Boron (B), Tembaga (Cu), Seng atau Zinc (Zn), dan Besi atau Ferro (Fe). Kadar unsur hara di dalam biomassa tanaman atau daun jati berbeda-beda tergantung pada genetik, bahan induk, tanah (kesuburan), iklim, usia tanaman jati, serta letak dari aktivitas manusia seperti jalan dan industri (Mpapa., 2016).

Oleh karena itu unsur hara nitrogen (N) sangat dibutuhkan oleh tanaman dalam jumlah besar karena berperan dalam proses pertumbuhan vegetatif dan pembentukan protein, klorofil, protoplasma, dan asam nukleat, dimana hal

tersebut diperlukan dalam pertumbuhan dan perkembangan semua jaringan terutama daun. Kekurangan nitrogen dalam tanaman menyebabkan Pertumbuhan tanaman melambat, kerdil, lemah dan daun menjadi kering berwarna kuning kecoklatan, sedangkan jika kelebihan nitrogen warna daun terlalu hijau dan tanaman rimbun dengan daun., sehingga sangat rentan terkena serangan jamur dan penyakit, serta menyebabkan tanaman lambat dalam proses pematangan (Patti,dkk 2013).

Sumber unsur nitrogen tanaman diperoleh dari mineral tanah, organik tanah , dan penambahan pupuk. Nitrogen diserap tanaman dalam bentuk N-organik diubah menjadi N-anorganik seperti NH_4^+ atau NO_3 . Unsur nitrogen dapat dianalisis dengan menggunakan metode kjedhal, yang dibagi menjadi tiga tahapan yaitu destruksi, destilasi dan titrasi. Senyawa nitrogen organik dioksidasi dalam lingkungan asam sulfat pekat dengan katalis campuran selen membentuk $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Kadar amonium dalam ekstrak dapat ditetapkan dengan cara destilasi. Pada cara destilasi, ekstrak dibasakan dengan penambahan larutan NaOH. Selanjutnya, NH_3 yang dibebaskan diikat oleh asam borat dan dititar dengan larutan baku H_2SO_4 menggunakan penunjuk Conway.

Penentuan nitrogen di dalam daun jati dapat dianalisis menggunakan metode kjedhal karena prinsip kerja metode kjedhal dapat mengubah senyawa organik menjadi anorganik. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kadar Nitrogen (N) di dalam sampel, dan untuk mengetahui ketepatan metode uji dengan CRM (*Certificate Reference Material*) sebagai pengendalian mutu analisa berdasarkan syarat keberterimaan parameter pengujian meliputi presisi, akurasi dan estimasi ketidakpastian.

1.2. Rumusan masalah

1. Bagaimana hasil analisa kandungan nitrogen didalam daun jati menggunakan metode Kjeldahl ?
2. Bagaimana pengendalian mutu pengujian kandungan nitrogen didalam daun jati berdasarkan parameter kecermatan (akurasi), ketelitian (presisi), dan estimasi ketidakpastian ?

1.3. Tujuan

1. Untuk menentukan kandungan nitrogen total dalam daun jati yang diuji menggunakan metode kjeldahl.
2. Untuk mengetahui ketepatan metode uji yang digunakan dalam menentukan kadar nitogen yang ada di daun jati dengan metode kjeldahl berdasarkan syarat keberterimaan parameter pengujian meliputi presisi, akurasi dan estimasi ketidakpastian.

1.4. Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat untuk penulis, masyarakat luas dan Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta kedepannya nanti. Penulis banyak mendapatkan ilmu dan wawasan dalam penelitian penentuan kadar nitrogen total didalam daun jati dan semoga dapat digunakan BPTP sebagai metode tidak baku dalam analisis nitrogen total.

BAB II

DASAR TEORI

2.1. Profil Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta

2.1.1. Sejarah dan Perkembangan Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta

Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta merupakan unit Pelaksana Teknis Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian yang dibentuk berdasarkan SK Menteri Pertanian Nomor 350/Kpts/OT.210/6/2001 tanggal 14 Juni 2001, Departemen pertanian yang berada dibawah dan bertanggung jawab kepada Kepala Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian dan dalam pelaksanaan sehari-hari dikoordinasikan oleh Kepala Balai Besar Pengkajian dan Pengembangan Teknologi Pertanian (BBP2TP).

Pembentukan BPTP bertujuan untuk menghasilkan teknologi spesifik lokasi, memperpendek rantai informasi, mempercepat dan memperlancar diseminasi hasil penelitian (alih teknologi) kepada petani dan pengguna teknologi lainnya. Sampai dengan tahun 2001 unit kerja ini masih merupakan Instalasi Penelitian dan Pengkajian Teknologi Pertanian (IPPTP) Yogyakarta, lembaga non struktural yang merupakan instalasi dari BPTP Jawa Tengah.

Instalasi Penelitian dan Pengkajian Teknologi Pertanian (IPPTP) merupakan penggabungan unit kerja dibawah Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian dan Badan pendidikan dan Latihan Pengawai Pertanian yaitu Laboratorium Holtikultura, Stasiun Tanah dan Balai Informasi Pertanian Yogyakarta. Saat ini BPTP Yogyakarta menepati 3 lokasi kantor yang terdiri :

1. Kantor utama meliputi administrasi, laboratorium tanaman, laboratorium peternakan serta kantor kelompok pengkaji budayadan sosial ekonomi, pasca panen dan sumber daya yang berlokasi di jl stadion baru No 22, karang sari, maguwoharjo, Sleman, Daerah Istimewa Yogyakarta.
2. Laboratorium tanah dan pasca panen pertanian berlokasi di jl kepuhsari No 005, karang sari, maguwoharjo, Sleman, Daerah Istimewa Yogyakarta.

3. Gedung yang berlokasi di Jl. Demangan Baru No. 28 Yogyakarta dimanfaatkan untuk mess/penginapan.

Laboratorium Pengujian Balai Pengkajiian Teknologi Pertanian Yogyakarta terdiri dari Laboratorium Tanah dan Pupuk dan Pasca Panen. Dalam kegiatannya, Laboratorium Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta memberikan pelayanan pihak internal maupun eksternal seperti perusahaan swasta, mahasiswa, pemerintah daerah serta petani baik perorangan maupun kelompok.

Pelayanan yang dapat diberikan Laboratorium Tanah dan Pupuk antara lain: analisis fisika tanah, analisis kimia tanah, analisis jaringan tanaman, analisis pupuk anorganik maupun organik dan analisis air. Laboratorium Pasca Panen antara lain: melakukan uji coba pengolahan terhadap hasil pertanian baik secara fisik maupun kimia.

Laboratorium Tanah dan Pupuk Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta juga ditunjuk oleh Menteri Pertanian RI sebagai Laboratorium Uji Efektivitas Pupuk anorganik dalam Surat Keputusan No. 09/Kpts/To.260/1/03 tanggal 13 Januari 2003.

Susunan organisasi manajemen Laboratorium Pengujian Balai Pengkajiian Teknologi Pertanian Yogyakarta telah sesuai dengan aturan ISO/IEC 17025:2005. Paduan Mutu Laboratorium Pengujian Balai Pengkajiian Teknologi Pertanian Yogyakarta ini merupakan titik pusat dokumen pengendalian, untuk informasi yang lebih rinci yang terdapat dalam dokumen sub ordinat seperti : Dokumen Prosedur, Intruksi Kerja dan Dokumen Format.

2.1.2. Visi Balai Pengkajiian Teknologi Pertanian Yogyakarta

Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta memiliki visi yaitu menjadikan BPTP sebagai penghasil teknologi pertanian spesifik lokasi yang sesuai dengan kebutuhan Wilayah Provinsi Daerah Istimewa Yogyakarta (DIY) dan sesuai dinamika pasar. pertanian spesifik lokasi menuju pertanian industrial unggul berkelanjutan berstandar Internasional untuk meningkatkan kemandirian pangan, nilai tambah, ekspor dan kesejahteraan masyarakat pertanian.

2.1.3. Misi Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta

1. Merekayasa dan mengembangkan inovasi pertanian spesifik lokasi yang diperluas dan dimanfaatkan oleh petani, stakholder, dan sesuai dengan permintaan pasar.
2. Meningkatkan percepatan diseminasi inovasi pertanian spesifik lokasi
3. Meningkatkan kerjasama lembaga penelitian dengan swasta, nasional dan internasional.
4. Mengembangkan kapasitas kelembagaan BPTP dalam rangka meningkatkan pelayanan prima.

2.1.4. Fungsi Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta sebagai berikut :

1. Pelaksanaan inventaris dan identifikasi kebutuhan teknologi pertanian tepat guna serta spesifik lokasi.
2. Pelaksanaan penelitian, pengkajian dan peraitan teknologi pertanian tepat guna spesifik lokasi
3. Pelaksanaan pengembangan teknologi dan diseminasi hasil pengkajian serta perakitan materi penyuluhan
4. Penyiapan kerjasama, informasi, dokumentasi, serta penyebarluasan dan pendayagunaan hasil pengkajian,
5. Pemberian pelayanan teknik kegiatan pengkajian, perakitan dan pengembangan teknologi pertanian tepat guna spesifik lokasi.
6. Pelaksanaan urusan tata usaha dan rumah tangga balai.

2.1.5. Sarana Pendukung Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta

a. Tanah

Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta menempati tanah seluas 32.717 m² di Karang Sari, Wedomartani, Ngempak, Sleman, Yogyakarta.

b. Bangunan

Laboratorium BPTP terbagi menjadi 3 macam yaitu laboratorium tanah, laboratorium pertanakan dan laboratorium pasca panen dan alsintan. Selain laboratorium, kantor BPTP Yogyakarta dilengkapi perpustakaan. Unit perpustakaan dokumentasi dan informasi BPTP merupakan perpustakaan dan dokumentasi serta informasi tentang teknologi pertanian seperti jurnal penelitian, majalah ilmiah, laporan teknik, laporan hasil pertanian, brosur, berbagai penerbit berupa brosur, leaflet, bulletin dan lain-lain. Sarana lain berupa penginapan yang digunakan sebagai tempat peristirahatan pegawai luar kota yang melakukan kunjungan dinas.

c. Jaringan LAN dan Internet

Sarana pendukung terakhir yaitu jaringan LAN dan Internet. Akses internet kantor BPTP telah bekerjasama dengan PT. Time Excelindo sebagai penyedia layanan jasa internet. Melalui jaringan LAN, koneksi internet digunakan untuk mengakses informasi sejumlah 22 unit komputer yang tersebar di kantor BPTP Yogyakarta, sejak tahun 2008 koneksi internet di BPTP diadakan perbaikan jaringan *Local Area Network* (LAN), hotspot dan perpindahan *router*. Hal ini dilakukan untuk mempermudah dan memperlancar akses informasi pengiriman data dan komunikasi.

2.2. Daun Jati

Jati (*tectona grandis*) merupakan komoditas kayu memiliki bentuk pohon yang besar diameter mencapai 220 cm, batang lurus, tinggi mencapai 30-40 meter dan memiliki daun yang lebar. Daun jati mempunyai tangkai pendek dan letaknya saling berhadapan (*opposite*) (Ahsana, dkk., 2011). Daun jati muda berwarna hijau kecoklatan sedangkan daun yang sudah tua berwarna hujau tua kebau-abuan, permukaan daun bagian atas berwarna hijau dan kasar dan bagian bawah berwarna kekuning-kunian berbulu halus. Jumlah kadar unsur hara didalam daun berbeda-beda tergantung pada

genetik, bahan induk, tanah, iklim, letak geografis dan usia tanaman jati (Luangjame dkk., 2001, Milis, 2019).

Setiap tanaman membutuhkan nutrisi unsur hara makro dan mikro untuk proses pertumbuhan dan perkembangannya termasuk daun. Kandungan unsur hara yang paling banyak dibutuhkan oleh tanaman antara lain unsur nitrogen (N), fosfor (P) dan kalium (K). Unsur hara Nitrogen memiliki peranan yaitu merangsang pertumbuhan tanaman secara keseluruhan, khususnya batang, cabang dan daun, serta pembentukan warna hijau pada daun yang berguna dalam proses fotosintesis. Kekurangan nitrogen dapat mengakibatkan tanaman tumbuh kerdil, sistem perakarannya terbatas, daun menjadi kuning atau hijau kekuningan dan cenderung cepat rontok. Nitrogen yang berlebihan akan menghambat kematangan, melunakkan tanaman, dan melemahkan tanaman terhadap serangan hama dan penyakit, serta mengurangi mutu hasil (Lindawati, Izhar, & Syafira, 2000).

2.3. Nitrogen (N)

Nitrogen adalah unsur kimia yang memiliki lambang N, nomor atom dari 7 dan massa atom 14,00674. Elemental nitrogen tidak berwarna, dan tidak berbau. yaitu Nitrogen merupakan Senyawa organik yang paling banyak dibutuhkan oleh tanaman karena berperan dalam merangsang pertumbuhan tanaman secara keseluruhan proses pembentukan klorofil, protoplasma, protein dan asam nukleat (Veronika, 2016).

Menurut (Iliyini dkk, 2012) Tanaman dapat menyerap nitrogen dalam bentuk NH_4^+ dan NO_3^- , ion-ion tersebut berasal dari proses transformasi melalui tiga tahapan yaitu mineralisasi, nitrifikasi dan denitrifikasi. Fungsi unsur nitrogen pada tanaman yaitu meningkatkan pertumbuhan vegetatif tanaman, meningkatkan kadar protein dan perkembangbiakan mikroorganisme dalam tanah, dan berfungsi untuk sintesa asam amino dan protein dalam tanah. Kekurangan nitrogen dalam tanaman menyebabkan daun menjadi kering berwarna kuning kecoklatan, sedangkan jika kelebihan nitrogen menghasilkan daun yang lebat dan berwarna hijau tua, sehingga sangat rentan terkena hama. Nitrogen total merupakan jumlah keseluruhan nitrogen yang ada didalam sampel, unsur nitrogen total ini dapat dianalisis

menggunakan metode kjedhal yang terdiri dari tiga proses yaitu destruksi, destilasi dan titrasi (Purba, 2019).

2.4. Metode Kjeldhal

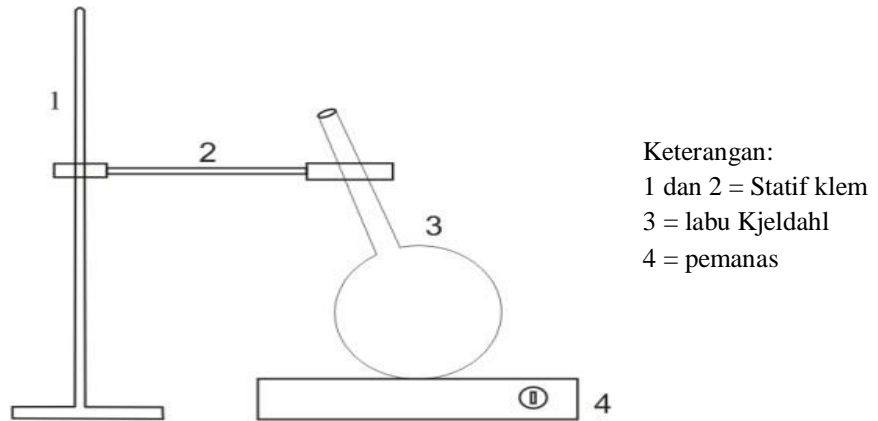
Metode kjedhal merupakan metode analisis kuantitatif penentuan nitrogen yang dikembangkan pada tahun 1883 oleh Johan Kjeldahl. Metode kjedhal mengalami perkembangan pada proses destruksi, pada awalnya hanya menggunakan H_2SO_4 saja sehingga membutuhkan waktu destruksi yang lama dan akhirnya dikembangkan katalis untuk mempercepat laju destruksi dengan menggunakan selenium, merkuri, titanium dan tembaga. Metode kjedhal ialah metode yang digunakan untuk menganalisis sampel yang mengandung protein, asam amino dan senyawa mengandung nitrogen.

Prinsip kerja metode kjedhal dapat mengubah senyawa organik menjadi anorganik. Metode kjedhal dibagi menjadi tiga tahapan yaitu destruksi, destilasi dan titrasi. Sampel didestruksi dengan menggunakan asam sulfat dan katalis. Hasil destruksi dinetralkan dengan menggunakan larutan alkali dan melalui destilasi. Destilat ditampung dalam larutan asam borat. Selanjutnya ion-ion borat yang terbentuk dititrasi dengan menggunakan larutan H_2SO_4 (Usysus, dkk., 2009; Purba, 2019).

2.4.1. Destruksi

Destruksi basah yaitu destruksi yang dilakukan dengan cara melarutkan sampel dengan asam kuat, bertujuan untuk menguraikan atau memecahkan senyawa logam menjadi logam-logam anorganik atau menjadi unsur-unsur yang dapat dianalisis. Pada proses destruksi sampel ditambahkan H_2SO_4 pekat dan katalisator berupa selenium yang dapat mempercepat proses oksidasi karena dapat menaikkan titik didih serta dapat mengadakan perubahan dari valensi tinggi ke rendah atau sebaliknya. Destruksi sempurna jika uap didalam tabung telah hilang dan larutan berwarna jernih, hal tersebut dapat dikatakan senyawa-senyawa organik telah melakukan perombakan dan pelarutan sempurna. Hasil destruksi nitrogen berubah menjadi $(NH_4)_2SO_4$ berbentuk cairan berwarna bening

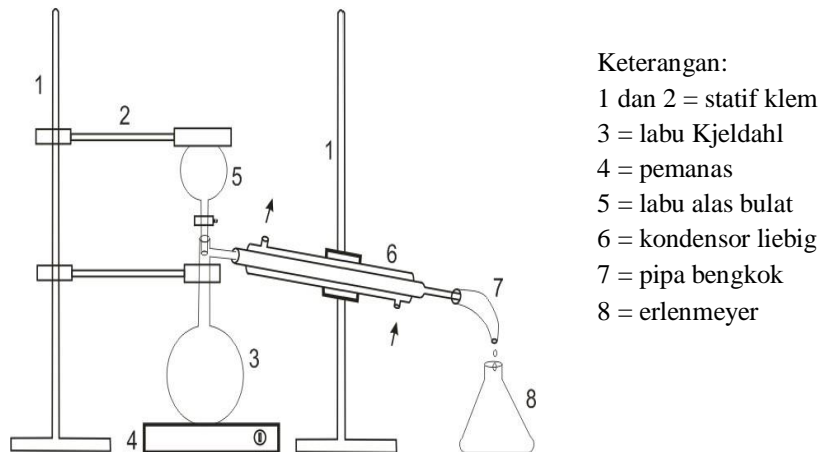
sedangkan hidrogen teroksidasi menjadi CO_2 dan H_2O berbentuk gas (Winarno, 1997; Kristianingrum, 2012).



Gambar 2.1 Rangkaian Proses Destruksi (Wiyantoko,bayu,dkk., 2017)

2.4.2. Destilasi

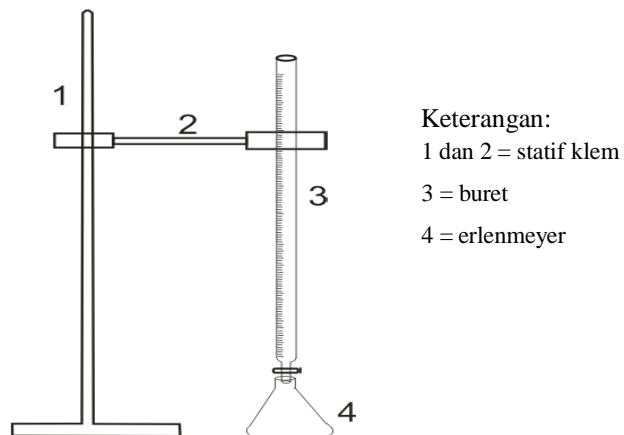
Destilasi merupakan suatu metode pemisahan campuran berdasarkan perbedaan tingkat volatilitas (kemudahan zat dapat menguap) pada tekanan dan suhu tertentu. Proses destilasi ada 3 tahapan yaitu penguapan campuran, pendinginan dan pengembunan. Pada tahap destilasi, amonium sulfat dipecah menjadi ammonia (NH_3) dengan penambahan NaOH sampai alkalis dan dipanaskan. Agar dalam proses destilasi terjadi pemercikan cairan atau timbulnya gelembung gas yang besar maka ditambahkan serbuk batu didih . Ammonium yang dibebaskan selanjutnya akan ditangkap oleh asam borat 1 % dalam jumlah yang berlebihan (Winarno, 1997).



Gambar 2.2 Rangkaian Proses Destilasi

2.4.3. Titrasi

Titrisasi adalah metode analisis kimia secara kuantitatif untuk menentukan konsentrasi dari suatu zat yang ada didalam larutan biasanya metode ini digunakan di laboratorium. Suatu titrasi dikatakan berhasil apabila mengalami perubahan warna atau titik akhir dari titrasi. Titik akhir titrasi ditunjukkan oleh indikator atau suatu zat yang ditambahkan kedalam larutan sampel yang dapat memberikan perubahan warna pada sampel seiring terjadinya perubahan konsentrasi ion hidrogen pH (Day & Underwood, 2002).



Gambar 2.3 Rangkaian Proses Titrasi

$$Kadar(\%N) = \frac{(V_c - V_b) \times N \times bst \times N \times P \times Fk \times 100}{\text{massa sampel}} \dots\dots\dots (1)$$

Keterangan:

- V_c = volume titrasi sampel
- V_b = volume titrasi blangko
- N = normalitas H₂SO₄
- bst N = berat atom nitrogen
- massa sampel = berat sampel (mg)
- P = faktor pengenceran
- Fk = faktor koreksi

2.5. Parameter pengujian

2.5.1. Presisi

Presisi adalah kedekatan hasil analisis yang diperoleh dari keterulangan pengukuran. Presisi sering kali diukur sebagai simpangan baku (*Deviiasi Standar Relative/ RSD*). Penentuan presisi dapat dibagi menjadi tiga kategori yaitu keterulangan (*repeatability*) adalah kesamaan hasil analisis yang ditentukan pada laboratorium yang sama, seorang analis yang sama, dilakukan pada hari yang sama dan menggunakan peralatan yang sama, presisi antara (*intermediate precision*) adalah ketepatan hasil analisis yang dilakukan di laboratorium yang sama, dan dilakukan analisis, peralatan dan reagen yang berbeda, ketertiruan (*reproducibility*) ialah kesamaan metode yang dikerjakan pada kondisi, tempat, analis, pelarut dan peralatan yang berbeda yang bertujuan untuk memverifikasi suatu metode bahwa menghasilkan hasil yang sama pada fasilitas tempat yang berbeda (Riyanto, 2014).

Batas Keberterimaan presisi apabila nilai simpangan baku relatif (%RSD) < 2, jika nilai % RSD yang dihasilkan lebih besar dari 2% maka dapat dihitung dengan cv horwitz dengan hasil keberterimaan > dari nilai % RSD. Nilai % RSD dan Cv Horwitz dapat dihitng dengan rumus sebagai berikut:

$$\% RSD = \frac{sd}{\bar{X}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

Keterangan :

- Sd = *Standar Deviasi*
- \bar{X} = kadar sampel rata-rata

2.5.2. Akurasi

Akurasi merupakan kedekatan nilai antara hasil analisis dengan nilai konsentrasi sebenarnya. Metode analisis akurasi dapat ditentukan dengan cara membandingkan hasil analisis dengan CRM (*Certified Reference Material*), metode simulasi dengan memasukkan analit kedalam blanko (*Spike-Placebo Recovery*) ,dan menambahkan baku pada matriks sampel (*Standar Adisi Method*). Metode simulasi (*Spike-Placebo Recovery*) disebut sebagai nilai perolehan kembali (*% recovery*) dilakukan dengan cara menambahkan spike atau larutan standar dengan tingkat kemurnian yang tinggi kedalam contoh uji. Uji perolehan kembali atau *recovery* perlu dilakukan untuk mengukur keakuratan hasil pengukuran, apabila Nilai replika analisis mendekati hasil contoh uji maka suatu metode tersebut dikatakan akurat (Gandjar dan Rohman, 2014).

Rumus *%recovery* sebagai berikut

$$\% Recovery = \frac{(C1-C2)}{C3} \times 100\% \dots \dots \dots (3)$$

$$C3 = \frac{(Vs \times Cs)}{V}$$

Keterangan:

C1=konsentrasi contoh uji yang telah ditambah analit (mg/L)

C2=Konsentrasi contoh uji yang sebenarnya (mg/L)

C3 = Konsentrasi standar yang diperoleh (mg/L)

Cs=Konsentrasi larutan baku (mg/L)

Vs=Volume larutan baku yang di tambahkan (mL)

V = Volume akhir sampel yang dispike (mL)

Batas keberterimaan nilai akurasi berdasarkan nilai konsentrasi sampel
Tabel 2.1 Nilai Persen Akurasi Berdasarkan Nilai Konsentrasi Sampel
(AOAC,2012)

Konsentrasi analit	Kisaran perolehan kembali yang diperbolehkan (%)
100 %	98-102
10 %	98-102
1 %	97-103
0,1 %	95-105
100 ppm	90-107
10 ppm	80-110
1 ppm	80-110
100 ppb	80-110
10 ppb	60-115
1 ppb	40-120

2.6. Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian pengukuran merupakan rentang nilai kesalahan yang tidak diketahui yang tersisa dalam pengujian. Nilai ketidakpastian ditentukan untuk mengetahui nilai keberterimaan yang masih dapat memenuhi persyaratan dengan selang tertentu berdasarkan hasil perhitungan. Tidak ada parameter keberterimaan dari nilai ketidakpastian yang dihasilkan, namun berdasarkan nilai tersebut dapat memberikan perkiraan penyumbang terbesar dalam suatu analisis. Nilai ketidakpastian juga menyatakan mutu hasil pengukuran atau pengujian, semakin kecil nilai ketidakpastian maka semakin baik hasil penelitian atau pengujian.

Ketidakpastian dipengaruhi oleh banyak faktor, diantaranya: tatacara sampling dan preparasi contoh, kalibrasi peralatan, instrumen, kesalahan random, kesalahan sistemik serta kecakapan peneliti. Faktor yang mempengaruhi kesalahan sistemik adalah metode pengujian yang dilakukan kurang tepat, persyaratan metode pada fasilitas dan akomodasi lingkungan pengujian yang digunakan kurang tepat, koreksi berdasarkan hasil kalibrasi alat, serta bahan acuan standar telah rusak atau kadaluarsa dan tidak tertelusur kedalam satuan internasional. Kesalahan acak disebabkan oleh ketidaksengajaan yang ditimbulkan pada suatu pengujian, kesalahan acak sulit dihindari karena didapatkan dari sesuatu yang diluar dugaan, kesalahan acak dapat dihindari dengan memperbanyak melakukan pengulangan pada pengujian. Adapun cara menentukan perhitungan estimasi ketidakpastian pengukuran yaitu mengidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian yang terdapat pada pengujian, membuat diagram tulang ikan, menghitung masing-masing sumber ketidakpastian pengukuran, menghitung ketidakpastian gabungan serta ketidakpastian diperluas.

Tahapan dalam menentukan nilai ketidakpastian pengukuran terdiri atas ketidakpastian baku, ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas dengan tingkat kepercayaan tertentu. Kategori komponen ketidakpastian dapat dibedakan menjadi dua tipe, yaitu A dan B. Tipe A merupakan komponen ketidakpastian yang berdasarkan data percobaan dan dihitung dari rangkaian pengamatan, sedangkan tipe B merupakan komponen ketidakpastian yang

berdasarkan informasi yang dapat dipercaya (data sekunder), misalnya spesifikasi pabrik, data pustaka, atau data validasi metode.

Menurut ISO GUM (*Guide To The Expression Of Uncertainty Measurement*) rumus Ketidakpastian tipe A dan tipe B yaitu:

1. Tipe A, ketidakpastian yang berasal dari pengukuran berulang-ulang, sehingga dapat dihitung nilai ketidakpastian pengukuran. Ketidakpastian baku pada tipe A ditentukan melalui persamaan :

$$\mu = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Keterangan :

- μ = ketidakpastian
- s = simpangan baku
- n = jumlah pengukuran

2. Tipe B, ketidakpastian yang berasal dari informasi ilmiah seperti sertifikat kalibrasi alat atau jurnal ilmiah.

Ketidakpastian untuk tipe B menyesuaikan dengan distribusi probabilitas. Untuk distribusi normal dengan tingkat kepercayaan 95% maka akar n bernilai 2 dan apabila distribusi normal dengan tingkat kepercayaan 99% maka akar n bernilai 3. Adapun distribusi untuk rectangular dan triangular sebagai berikut:

$$\text{Distribusi } \textit{rectangular} = \frac{s}{\sqrt{3}}$$

$$\text{Distribusi } \textit{triangular} = \frac{s}{\sqrt{6}}$$

Simpangan baku yang diperoleh kemudian dapat dihitung untuk menentukan ketidakpastian gabungan (μ_G) dan ketidakpastian diperluas (U) dengan persamaan berikut :

$$\mu_G = \sqrt{(\mu_a)^2 + (\mu_b)^2 + (\mu_c)^2 + (\mu_n)^2} \dots \dots \dots (4)$$

$$\mu = \frac{\mu_G}{c} = \sqrt{(\mu_{aa})^2 + (\mu_{bb})^2 + (\mu_{cc})^2 + (\mu_{nn})^2} \dots \dots \dots (5)$$

$$\mu = \mu_X P_b \times k \dots \dots \dots (6)$$

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah alat – alat gelas, neraca analitik (*Ohaus*) , oven (*Memmert*), multiburet (*Metrohm*), seperangkat alat destilasi, magnet stirer, stirer, digestion blok.

3.2. Bahan

Bahan yang digunakan yaitu daun jati yang sudah dihaluskan, campuran selen, larutan H_2SO_4 pekat, larutan NaOH 40 %, larutan H_3BO_3 1%, indikator conway, serbuk batu didih, larutan H_2SO_4 0,05 N, aquades.

3.3. Prosedur Kerja

3.3.1. Pembuatan Larutan Baku H_2SO_4 4 N

Larutan H_2SO_4 p.a. pekat (95-97%) sebanyak 111 ml dimasukan sedikit demi sedikit melalui dinding labu, labu ukur 1.000 ml yang telah berisi sekitar 700 ml air bebas ion, kocok dan biarkan menjadi dingin. air bebas ion tambahkan lagi hingga 1.000 ml dan dihomogenkan.

3.3.2. Pembuatan Larutan baku H_2SO_4 0,050 N

Larutan H_2SO_4 4 N dipipet 12,5 mL kemudian dimasukkan dalam labu ukur 1000 ml dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.3.3. Penentuan Kadar Air

Contoh tanaman ditimbang 1,000 g dengan kehalusan $< 0,5$ mm dimasukkan ke dalam botol timbang yang telah diketahui bobot kosongnya, selanjutnya dioven pada suhu $105\text{ }^{\circ}C$ selama 4 jam, kemudian dinginkan dalam desikator dan ditimbang kembali.

3.3.4. Analisis Nitrogen Total

A. Destruksi

Sampel tanaman daun jati ditimbang 0,250 g dimasukkan ke dalam tabung *digestion*, ditambahkan 1 g campuran selenium dan 2,5 ml H₂SO₄ p.a. blanko disiapkan dengan memasukkan ke dalam tabung *digestion* 1 g campuran selen dan 2,5 ml H₂SO₄ p.a, dipanaskan dalam blok *digestion* hingga suhu 350 °C. Destruksi selesai bila keluar uap putih dan didapat ekstrak jernih (sekitar 4 jam). Tabung diangkat, didinginkan dan kemudian ekstrak diencerkan dengan air bebas ion hingga tepat 50 ml dan larutan dikocok sampai homogen dan dibiarkan semalam agar partikel mengendap.

B. Destilasi dan Titrasi

Ekstrak contoh dipipet 10 mL dimasukkan ke dalam labu didih, tambahkan NaOH 40% sebanyak 10 mL, sedikit serbuk batu didih dan aquades hingga setengah volume labu, selanjutnya siapkan penampung NH₃ yang berisi 10 mL asam borat 1% dan 2 tetes indikator Conway (berwarna merah), kemudian dihubungkan dengan alat destilasi, destilasi hingga volume penampung mencapai 50–75 mL (berwarna hijau). Destilat dititrasi dengan H₂SO₄ 0,050 N hingga warna merah muda. Volume titar contoh dicatat sebagai (Vc) dan blanko sebagai (Vb). Proses pengujian dilakukan sebanyak 8 (delapan) kali untuk melihat tingkat presisi.

C. Pembuatan Larutan Spike

Sebanyak 10 mL ekstrak ditambahkan dengan 0,6% larutan standar nitrogen. Prosedur yang dilakukan sebagaimana pada pengujian nitrogen melalui proses destilasi dan titrasi menggunakan H₂SO₄ 0,050 N.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Penentuan Kadar Nitrogen Total

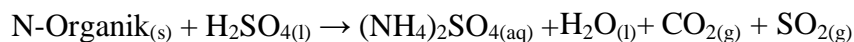
Penentuan kadar nitrogen total dapat dianalisis dengan metode Kjeldahl terdiri dari tiga proses yaitu destruksi, destilasi dan titrasi. Prinsip metode kjeldahl ialah sampel didestruksi dengan menambahkan asam sulfat pekat menghasilkan ammonium, amonium yang terbentuk didestilasi dengan menambahkan natrium hidroksida menjadi NH_3 yang ditangkap oleh asam dan ditentukan jumlahnya melalui titrasi. Bahan-bahan yang membantu perubahan N menjadi NH_4^+ adalah garam-garam biasanya K_2SO_4 , NaSO_4 , atau H_2SO_4 yang bertujuan untuk meningkatkan suhu.

Analisa nitrogen cara kjeldahl pada dasarnya dapat dibagi menjadi tiga tahapan:

1. Tahap Destruksi

Destruksi merupakan proses pemecahan senyawa organik menjadi senyawa anorganik. Pada tahap ini sampel dipanaskan dalam H_2SO_4 p.a asam sulfat berfungsi sebagai pengikat nitrogen dan menguraikan unsur-unsur seperti unsur-unsur C, H, O, N, S, dan P. Sampel daun jati ditimbang 0,250 g dimasukkan ke dalam tabung *digestion*, ditambahkan 2,5 ml H_2SO_4 p.a yang berfungsi sebagai pemisah unsur nitrogen dengan unsur lainya dan 1 g campuran selenium. Selenium dapat mempercepat proses oksidasi karena zat tersebut selain menaikkan titik didih juga mudah mengadakan perubahan dari valensi tinggi ke valensi rendah atau sebaliknya ,kemudian sampel dipanaskan dari suhu rendah hingga suhu 350 °C agar memperoleh hasil yang efisien. Destruksi selesai bila keluar uap putih dan didapat ekstrak berwarna hijau jernih (sekitar 4 jam). Tabung diangkat, didinginkan dan kemudian ekstrak diencerkan dengan air bebas ion hingga tepat 50 ml. Kocok sampai homogen, biarkan semalam agar partikel mengendap. sampel dipanaskan dalam asam sulfat pekat sehingga terjadi destruksi menjadi unsur-unsurnya. Elemen karbon, hidrogen teroksidasi menjadi CO, CO₂ dan

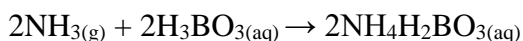
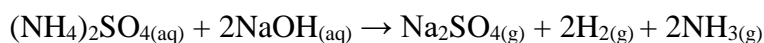
H₂O. Sedangkan nitrogennya (N) akan berubah menjadi (NH₄)₂SO₄. Reaksi dan rangkaian yang terjadi pada proses destruksi sebagai berikut:



Reaksi Pembentukan Senyawa Ammonium Sulfat

2. Tahap Destilasi

Destilasi merupakan proses pemisahan campuran berdasarkan perbedaan tingkat volatilitas (kemudahan zat dapat menguap) pada tekanan dan suhu tertentu. Proses destilasi ada 3 tahapan yaitu penguapan campuran, pendinginan dan pengembunan. Pada tahap destilasi, amonium sulfat dipecah menjadi ammonia dengan penambahan natrium hidroksida sampai alkalis dan dipanaskan. Agar dalam proses destilasi terjadi pemercikan cairan atau timbulnya gelembung gas yang besar maka ditambahkan serbuk batu didih. Ammonium yang dibebaskan selanjutnya akan ditangkap oleh asam borat 1 % dan indikator conway yang bersifat amfoter yang bisa bereaksi dengan asam maupun basa. Gas amonia yang telah terserap yang ditandai dengan perubahan warna larutan dari merah muda menjadi hijau kebiruan. Reaksi yang terjadi pada tahap ini.

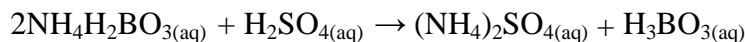


Reaksi pembentukan senyawa Ammoniumbromit

3. Tahap Titrasi

Penampung destilasi digunakan asam borat maka banyaknya asam borat yang bereaksi dengan ammonia dapat diketahui dengan titrasi menggunakan asam. Selisih jumlah titrasi sampel dan blanko merupakan jumlah ekuivalen nitrogen. Larutan 2NH₄H₂BO₃(aq) dititrasi dengan H₂SO₄ 0,050 N. Akhir titrasi ditandai dengan tepat perubahan warna larutan dari warna hijau menjadi merah muda dan tidak hilang selama 30 detik. Catat

volume titar contoh (V_c) dan blanko (V_b). Reaksi dan rangkaian yang terjadi pada proses destilasi sebagai berikut:



Reaksi Pembentukan Senyawa Ammonium Sulfat

Hasil volume titrasi sampel dan blanko dimasukkan kedalam rumus pada persamaan 1. Sehingga diperoleh kadar nitrogen total pada sampel dan kadar nitrogen pada sampel dan spike pada tabel dibawah ini.

Tabel 4.1 Kadar nitrogen total, kadar spike

Kode sampel	Kadar Nitrogen (%)	Kadar Sampel + Spike (%)
TMN 01	1,30	1,85
TMN 02	1,28	1,84
TMN 03	1,28	1,88
TMN 04	1,30	1,85
TMN 05	1,30	1,90
TMN 06	1,30	1,88
TMN 07	1,30	1,87
TMN 08	1,28	1,84

4.2. Penentuan kadar air

Kadar air ialah jumlah air yang terdapat di dalam sampel yang dinyatakan dalam satuan persen (%). Penentuan kadar air dilakukan dengan cara menimbang cawan kosong sebagai (W_0), kemudian cawan kosong ditambah sejumlah sampel sebelum dioven sebagai (W_1), selanjutnya cawan kosong ditambah sejumlah sampel setelah dioven sebagai (W_2). Sampel dioven pada suhu $105\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam untuk menghilangkan kandungan air yang terdapat didalam sampel yang akan dianalisis, setelah dioven selama 5 jam sampel yang sudah kering dimasukkan kadalam desikator selama 10 menit agar berat cawan dan sampel konstan dan kemudian ditimbang. Perbedaan hasil penimbangan sampel sebelum dan setelah dioven disebut kadar air. Penentuan kadar air diperoleh dari penimbangan komponen-komponen (W_0, W_1, W_2) dan diperoleh hasil pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Faktor Koreksi dan Kadar Air

Kode sampel	Kadar air (%)	Faktor koreksi
TMN 01	3,8	1,04
TMN 02	4,4	1,05
TMN 03	3,9	1,05
TMN 04	3,4	1,03
TMN 05	3	1,03
TMN 06	3,1	1,03
TMN 07	2,7	1,03
TMN 08	2,7	1,03

4.3. Penentuan Akurasi

Akurasi merupakan kedekatan nilai antara hasil analisis dengan nilai konsentrasi sebenarnya. Semakin dekat nilai replika analisis dengan sampel yang sebenarnya maka semakin akurat metode tersebut. Pengukuran *%recovery* dilakukan sebanyak 8 kali pengulangan, *%recovery* didapatkan dari perbandingan selisih antara konsentrasi contoh uji dengan konsentrasi contoh uji yang telah dispiked.

Tabel 4.3 Nilai Akurasi

Kode Sampel	Kadar N sampel (%)	Kadar N sampel + spike (%)	Kadar standar nitrogen (%)	<i>% recovery</i>
TMN 01	1,30	1,85	0,6	92
TMN 02	1,28	1,84	0,6	94
TMN 03	1,28	1,88	0,6	101
TMN 04	1,30	1,85	0,6	92
TMN 05	1,30	1,90	0,6	99
TMN 06	1,30	1,88	0,6	97
TMN 07	1,30	1,87	0,6	94
TMN 08	1,28	1,84	0,6	94
Rata-rata				95

Hasil pengukuran % *recovery* rata-rata yang dilakukan sebesar 95 %, hasil tersebut menunjukkan bahwasanya % *recovery* dinyatakan baik karena memenuhi syarat dari keberterimaan % *recovery* berdasarkan nilai konsentrasi larutan baku nitrogen 0,6 % kisaran 95-105 % Tabel 2.1. Hal ini dapat dinyatakan bahwa analisis kadar nitrogen dalam daun jati menggunakan metode kjedahl menghasilkan data yang akurat.

4.4. Penentuan Presisi

Presisi merupakan kedekatan nilai dalam serangkaian pengukuran satu dengan yang lain. Presisi dapat dinyatakan dengan berbagai cara antara lain dengan simpangan baku, simpangan rata-rata atau kisaran yang merupakan selisih hasil pengukuran yang terbesar dan terkecil. *Repeatability* merupakan kedekatan hasil pengukuran yang dilakukan secara berulang dengan metode dan kondisi yang sama. pengukuran dilakukan sebanyak 8 kali pengulangan.

Hasil penentuan presisi dapat dilihat pada table berikut.

Tabel 4.4 Nilai Presisi

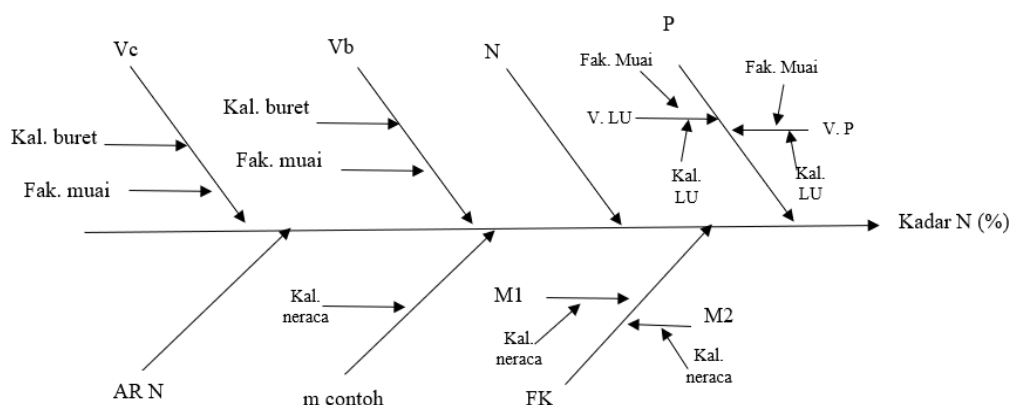
X_i	$X_i - \bar{X}$	$(X_i - \bar{X})^2$
1,3040	0,0109	$1,18 \times 10^{-4}$
1,2750	-0,0181	$3,28 \times 10^{-4}$
1,2750	-0,0181	$3,28 \times 10^{-4}$
1,3040	0,0109	$1,18 \times 10^{-4}$
1,3040	0,0109	$1,18 \times 10^{-4}$
1,3040	0,0109	$1,18 \times 10^{-4}$
1,3040	0,0109	$1,18 \times 10^{-4}$
1,2750	-0,0181	$3,28 \times 10^{-4}$
1,2932		
	Jumlah	0,00158
	SD	0,0140
	% RSD	0,0108

Syarat keberterimaan presisi yaitu apabila nilai simpangan baku relatif (%RSD) < 2%. Oleh karena itu hasil pengulangan pada penentuan kadar nitrogen pada sampel daun jati dinyatakan memiliki presisi yang baik atau dapat diterima.

4.5. Estimasi ketidakpastiaan

Menurut Kusumaningtyas dkk, (2016) ketidakpastian pengukuran merupakan tingkat kesalahan yang tidak diketahui yang tersisa dalam pengukuran. Ketidakpastian pengukuran bertujuan untuk mengetahui hasil penentuan nitrogen total dalam daun jati yang dilakukan valid. Langkah-langkah menentukan ketidakpastian pengukuran yaitu membuat prosedur kerja, menentukan rumus pengujian, membuat ketidakpastian diagram tulang ikan, menentukan ketidakpastian baku, menentukan ketidakpastian gabungan, menentukan ketidakpastian diperluas.

Pembuatan diagram tulang ikan bertujuan untuk mempermudah proses perhitungan ketidakpastian. Berikut merupakan diagram tulang ikan penentuan nitrogen total didalam sampel daun jati. Berdasarkan penentuan kadar nitrogen (%N) sesuai persamaan 4.1 maka dapat dibuat diagram tulang ikan sebagaimana terlihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Diagram tulang ikan penentuan kadar N pada contoh daun jati

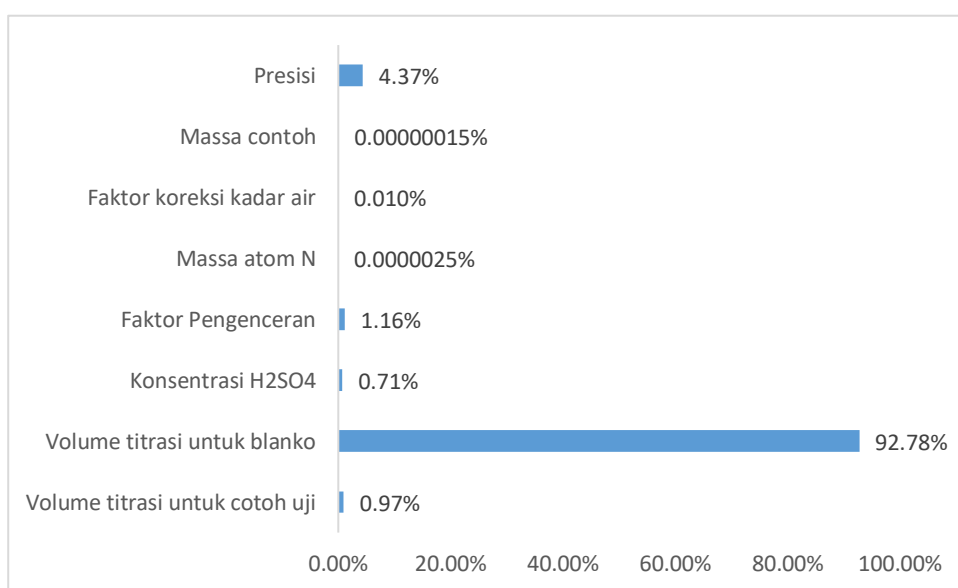
Berdasarkan diagram tulang ikan penentuan nitrogen total didalam sampel daun jati terdapat beberapa faktor-faktor penyumbang ketidakpastian yaitu massa sampel, volume titrasi sampel dan blanko, faktor pengenceran, faktor koreksi, larutan standar H_2SO_4 0,05N, presisi, bobot atom nitrogen (N). Penetapan nilai ketidakpastian pengukuran dengan menghitung komponen ketidakpastian baku, ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas yang dapat disajikan melalui Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Nilai Ketidakpastian Pengukuran.

No	Sumber ketidakpastian	Nilai x	μx	$\mu x/x$	$(\mu x/x)^2$
1.	Volume contoh uji (mL)	0,9925	0,00507	0,005109	$2,60996 \times 10^{-5}$
2.	Volume blanko (mL)	0,1	0,005001	0,050007	$2,50072 \times 10^{-3}$
3.	Konsentrasi H ₂ SO ₄ (N)	0,05	0,000218	0,004369	$1,90881 \times 10^{-5}$
4.	Faktor Pengenceran	5	0,029688	0,005938	$3,5253 \times 10^{-5}$
5.	Massa atom N(mg/mmol)	14	0,000115	$8,24 \times 10^{-6}$	$6,79621 \times 10^{-11}$
6.	Faktor koreksi kadar air	1,03	0,000527	0,000509	$2,5918 \times 10^{-7}$
7.	Massa contoh (mg)	250	0,0005	0,000002	4×10^{-12}
8.	Presisi	1	0,010849	0,010849	$1,17694 \times 10^{-4}$
Jumlah					0,002695231
μG					0,003485444
μperluas					0,0070

Hasil estimasi ketidakpastian pengukuran nitrogen dalam sampel daun jati sebesar 0,0070 %, sehingga laporan hasil uji kadar nitrogen dai dalam daun jati dapat dituliskan $1,29 \pm 0,0070$ %. Adapun penyumbang terbesar dari ketidakpastian tersebut adalah volume titrasi blangko sebagaimana terlihat di dalam gambar 4.2.

Gambar 4.2 Evaluasi Ketidakpastian



Berdasarkan hasil evaluasi ketidakpastian pengukuran diurutkan dapat penyumbang ketidakpastian dari yang terbesar hingga terkecil yaitu volume titrasi blanko, presisi, faktor pengenceran, volume contoh uji, konsentrasi H_2SO_4 , faktor koreksi, massa atom N dan massa contoh uji.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis nitrogen total didalam daun jati yang telah dilakukan menggunakan metode kjedhal diperoleh hasil yaitu

1. Kadar rata-rata Nitrogen total sampel didalam daun jati sebesar 1,29 % dan kadar sampel ditambah *spike* sebesar 1,86 %.
2. Pengujian nitrogen total menggunakan metode kjedhal diperoleh hasil presisi (% RSD) 0,0108 %, akurasi (% *Recovery*) 95%, estimasi ketidakpastian gabungan sebesar 0,0034 dan ketidakpastian diperluas sebesar 0,0070.

5.2. SARAN

Berdasarkan hasil Praktik Kerja Lapangan yang dilaksanakan di Laboratorium Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta, penulis menyarankan agar:

1. Perlu adanya metode lain dalam analisis nitrogen pada daun jati
2. Peralatan yang digunakan untuk pengujian sebaiknya dikalibrasi sehingga pada saat penentuan nilai ketidakpastian menggunakan data yang ada di dalam sertifikat kalibrasi

DAFTAR PUSTAKA

- Ahsana D., H. S. (2011). Keanekaragaman varietas dan hubungan kekerabatan pada tanaman jati (*tectona grandis*). *Skripsi fakultas sains dan teknologi universitas airlangga*.
- Bayu ,w. D. (2017). Pengujian nitrogen total kandungan air dan cemaran logam timbal pada pupuk anorganik npk padat.*jurnal sains dan teknologi*, 52-60.
- BSN. (2005). Persyaratan umum kompetensi laboratorium penujian dan laboratorium kalibrasi. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- BSN. (2010). Pupuk NPK padat. *SNI 2803 : 2010*.
- Day, R. A. (2002). Analisis kimia kuantitatif . Jakarta: erlangga.
- Gandjar, G. D. (2007). Kimia farmasi analisis. Yogyakarta: pustaka pelajar.
- Ginting, r. D. (2013). Pemetaan status unsur hara C-organik dan nitrogen metode kjedahl. *Jurnal agroekoteknologi*.
- Iliyin M., R. K. (2012). Laju dekomposisi eceng gondok dan jerami menggunakan em-4 dan m-nio terhadap pH,C,N,P,K dan C/N. *Media sains*, 117-122.
- Kemenprin. (2013). SNI : cara uji kadar nitrogen total sedimen dengan distilasi kjedahl secara titrasi. Jakarta: badan standarisasi nasional.
- Kristianingrum, s. (2012). Kajian berbagai proses destruksi sampel dan efeknya. *Prosiding seminar nasiona penelitian,pendidikan, dan penerapan MIPA*, 195-202.
- Kususmanigtyas, D. I. (2016). Estimasi ketidakpastian pengukuran dalam metode penentuan fosfat. *Buletin teknik litkayasa*, 14, 1-8.
- Lindawati, N. I. (2000). Pengaruh pemupukan nitrogen . *JPPTP*, halaman 130-133.
- Luangjame J, B. B. (2001). Determination of deposition and leaves in teak plantations in thailand. *Water,air,and soil pollution 130*, halaman 935-940.
- Milis yusmayanti, a. P. (2019). Analisis kadar nitrogen pada pupuk urea, pupuk cair dan pupuk kompos dengan metode kjedahl. *Yusmayanti dan asmara*, 28-34.
- Mpapa, b. L. (2016). Analisis kesuburan tanah tempat tumbuh pohon jati (*tectona grandis* l) pada ketinggian yang berbeda. *Jurnal agrista*, 20, 135-139.
- Patti, p. (2013). Analisis status nitrogen dalam kaitannya dengan serapan nitrogen oleh tanaman. *Jurnal agrologia*.
- PR., H. (1971). Textbook o soil analysis. New York USA: Chemical Publishing .
- Riyanto. (2014). Validasi dan verifikasi metode uji sesuai dengan ISO/IEC 17025 laboratorium pengujian dan kalibrasi. Yogyakarta: depublish.

- Rohman. (2014). Validasi dan penjaminan mutu metode analisis kimia. Yogyakarta: gadjah mada university press.
- Rusnawati, b. B. (2018). Perbandingan metode destruksi basah dan destruksi kering terhadap analisis logam berat timbal . *Prosiding seminar nasional kimia*, 73-76.
- Sulaeman, S. &. (2005). Analisis kimia tanah,tanaman, air dan pupuk. Bogor: balai penelitian tanah an pengembangan penelitian, departemen pertanian.
- Sumarna, y. (2004). Budidaya jati. Jakarta: PT.Penebar Swadaya.
- Veronika murtina, m. A. (2015). Pertumbuhan hutan tanaman jati (*tectona grandis linn*) dikalimantan timur. *Jurnal agrifor*, 287-292.
- Winarni, A. S. (2000). Pengaruh dosis pemupukan urea dan posisi daun terhadap kandungan klorofil dan kadar protein daun selada. *Unergraduate thesis, fmipa undip*.
- Winarno, F. (2004). Kimia pangan dan gizi . Jakarta: gramedia pustaka utama.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Pembuatan larutan standar H₂SO₄ 0,04 N

Penentuan konsentrasi H₂SO₄ 0,05 N diperoleh dari pengenceran H₂SO₄ pekat, diencerkan menjadi H₂SO₄ 4 N, kemudian diencerkan menjadi H₂SO₄ 0,05 N

Perhitungan pengenceran H₂SO₄ p.a 96 %

1). Konsentrasi H₂SO₄ p.a

Berat jenis = 1,84 g/mL

Berat molekul = 98,08 g/mol

$$\begin{aligned} C1 &= \frac{(10 \times 96 \% \times Bj) \times valensi}{Bm} \\ &= \frac{(10 \times 96 \% \times 1,84 \frac{g}{mL}) \times 2}{98,08 \text{ g/mol}} \\ &= 36 \text{ N} \end{aligned}$$

2). Konsentrasi H₂SO₄ 4N

$$\begin{aligned} C1 \times V1 &= C2 \times V2 \\ 36 \text{ N} \times V1 &= 4\text{N} \times 1000 \text{ mL} \\ V1 &= 111 \text{ mL} \end{aligned}$$

3). konsentrasi H₂SO₄ 0,05N

$$\begin{aligned} C2 \times V2 &= C3 \times V3 \\ 4\text{N} \times V2 &= 0,05\text{N} \times 1000 \text{ mL} \\ V2 &= 12,5 \text{ mL} \end{aligned}$$

Lampiran 2. Penentuan Faktor Koreksi

- Data hasil perhitungan faktor koreksi dan kadar air

Kode sampel	Cawan kosong (g)	Massa sampel yang ditimbang (g)	Cawan sampel setelah di oven	+ Kadar air (%)	Faktor koreksi
TMN 01	3,799		4,761	3,8	1,039
TMN 02	3,606		4,562	4,4	1,046
TMN 03	3,618		4,579	3,9	1,046
TMN 04	3,558	1	4,524	3,4	1,035
TMN 05	3,609		4,579	3	1,030
TMN 06	3,873		4,842	3,1	1,031
TMN 07	3,398		4,371	2,7	1,027
TMN 08	3,374		4,347	2,7	1,027

Contoh perhitungan:

TMN 01

$$\% \text{ Kadar air} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kadar air} = \frac{4,799 - 4,761}{4,799 - 3,799} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kadar air} = 3,8 \%$$

$$\text{Faktor koreksi} = \frac{\text{Massa sampel yg ditimbang}}{\text{Massa sampel kering}}$$

$$\text{Faktor koreksi} = \frac{1 \text{ gram}}{0,962 \text{ gram}}$$

$$\text{Faktor koreksi} = 1,0395$$

Lampiran 3. Penentuan kadar nitrogen total dalam sampel

- Data perhitungan kadar nitrogen total dalam sampel

Kode Sampel	V. Titrasi Blanko (mL)	V. Titrasi Sampel (mL)	Kadar N (%)
TMN 01		1	1,30
TMN 02		0,98	1,27
TMN 03		0,98	1,27
TMN 04	0,1	1	1,30
TMN 05		1	1,30
TMN 06		1	1,30
TMN 07		1	1,30
TMN 08		0,98	1,27

Contoh Perhitungan :

Diketahui

Konsentrasi H₂SO₄ (N) = 0,05 N

bst N = 14 g/mol

faktor pengenceran (P) = 5 kali

faktor koreksi = 1,035

TMN 01

$$\begin{aligned} \text{Kadar}(\%N) &= \frac{(V_c - V_b) \times N \times \text{bst} \times N \times P \times \text{FK} \times 100}{\text{massa sampel}} \\ &= \frac{(1 \text{ mL} - 0,1 \text{ mL}) \times 0,05 \text{ N} \times 14 \text{ g/mol} \times 5 \times 1,035 \times 100}{250 \text{ mg}} \\ &= 1,30 \% \end{aligned}$$

TMN 02

$$\begin{aligned} \text{Kadar}(\%N) &= \frac{(V_c - V_b) \times N \times \text{bst} \times N \times P \times \text{FK} \times 100}{\text{massa sampel}} \\ &= \frac{(0,98 \text{ mL} - 0,1 \text{ mL}) \times 0,05 \text{ N} \times 14 \text{ g/mol} \times 5 \times 1,035 \times 100}{250 \text{ mg}} \\ &= 1,27 \% \end{aligned}$$

TMN 03

$$\begin{aligned} \text{Kadar}(\%N) &= \frac{(V_c - V_b) \times N \times \text{bst} \times N \times P \times \text{FK} \times 100}{\text{massa sampel}} \\ &= \frac{(0,98 \text{ mL} - 0,1 \text{ mL}) \times 0,05 \text{ N} \times 14 \text{ g/mol} \times 5 \times 1,035 \times 100}{250 \text{ mg}} \\ &= 1,27 \% \end{aligned}$$

Lampiran 4. Data hasil penentuan kadar sampel ditambah *spike*

Kode sampel	V.titrasi blanko (mL)	V. Titrasi sampel (mL)	Kadar N (%)
TMN 01		1,32	1,85
TMN 02		1,31	1,84
TMN 03		1,34	1,88
TMN 04	0,04	1,32	1,85
TMN 05		1,35	1,89
TMN 06		1,34	1,88
TMN 07		1,33	1,86
TMN 08		1,31	1,84

Contoh perhitungan:

Diketahui

Konsentrasi H₂SO₄ (N) = 0,05 n

bst N = 14 g/mol

faktor pengenceran (P) = 5 kali

faktor koreksi = 1,035

TMN 01

$$\begin{aligned} \text{Kadar}(\%N) &= \frac{(V_c - V_b) \times N \times \text{bst} \times P \times \text{FK} \times 100}{\text{massa sampel}} \\ &= \frac{(1,32 \text{ mL} - 0,04 \text{ mL}) \times 0,05N \times 14 \text{ g/mol} \times 5 \times 1,035 \times 100}{250 \text{ mg}} \\ &= 1,85 \% \end{aligned}$$

TMN 02

$$\begin{aligned} \text{Kadar}(\%N) &= \frac{(V_c - V_b) \times N \times \text{bst} \times P \times \text{FK} \times 100}{\text{massa sampel}} \\ &= \frac{(1,31 \text{ mL} - 0,1 \text{ mL}) \times 0,05N \times 14 \text{ mg/mol} \times 5 \times 1,035 \times 100}{250 \text{ mg}} \\ &= 1,84 \% \end{aligned}$$

TMN 03

$$\begin{aligned} \text{Kadar}(\%N) &= \frac{(V_c - V_b) \times N \times \text{bst} \times P \times \text{FK} \times 100}{\text{massa sampel}} \\ &= \frac{(1,34 \text{ mL} - 0,1 \text{ mL}) \times 0,05N \times 14 \text{ mg/mol} \times 5 \times 1,035 \times 100}{250 \text{ mg}} \\ &= 1,88 \% \end{aligned}$$

Lampiran 5. Penentuan Akurasi

Kode Sampel	Kadar N sampel (%)	Kadar N sampel + <i>spike</i> (%)	Kadar standar Nitrogen (%)	% <i>Recovery</i>
TMN 01	1,30	1,85	0,6	92
TMN 02	1,28	1,84	0,6	94
TMN 03	1,28	1,88	0,6	101
TMN 04	1,30	1,85	0,6	92
TMN 05	1,30	1,90	0,6	99
TMN 06	1,30	1,88	0,6	97
TMN 07	1,30	1,87	0,6	94
TMN 08	1,28	1,84	0,6	94
Rata-rata				95

Contoh perhitungan:

$$\text{Konsentrasi target} = \frac{(Vs \times CS)}{V} = \frac{(60 \text{ mL} \times 0,1\%)}{10 \text{ mL}} = 0,6 \%$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Recovery} &= \frac{(C1-C2)}{C3} \times 100\% \\ &= \frac{(\text{Konsentrasi sampel ditambah spike} - \text{konsentrasi sampel})}{\text{konsentrasi target}} \times 100\% \\ &= \frac{(1,85-1,30)}{0,6} \times 100\% \\ &= 92 \% \end{aligned}$$

Hasil rata-rata % *recovery* sebesar 95 %, dari hasil yang diperoleh akurat karena memenuhi syarat keberterimaan

Lampiran 6. Data hasil presisi

X_i	$X_i - \bar{X}$	$(X_i - \bar{X})^2$
1,3040	0,0109	$1,18 \times 10^{-4}$
1,2750	-0,0181	$3,28 \times 10^{-4}$
1,2750	-0,0181	$3,28 \times 10^{-4}$
1,3040	0,0109	$1,18 \times 10^{-4}$
1,3040	0,0109	$1,18 \times 10^{-4}$
1,3040	0,0109	$1,18 \times 10^{-4}$
1,3040	0,0109	$1,18 \times 10^{-4}$
1,2750	-0,0181	$3,28 \times 10^{-4}$
1,2932		
	Jumlah	0,00158
	SD	0,0140
	% RSD	0,0108

Perhitungan presisi contoh uji

jumlah = 0,00158

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{0,00158}{8-1}} = 0,0140$$

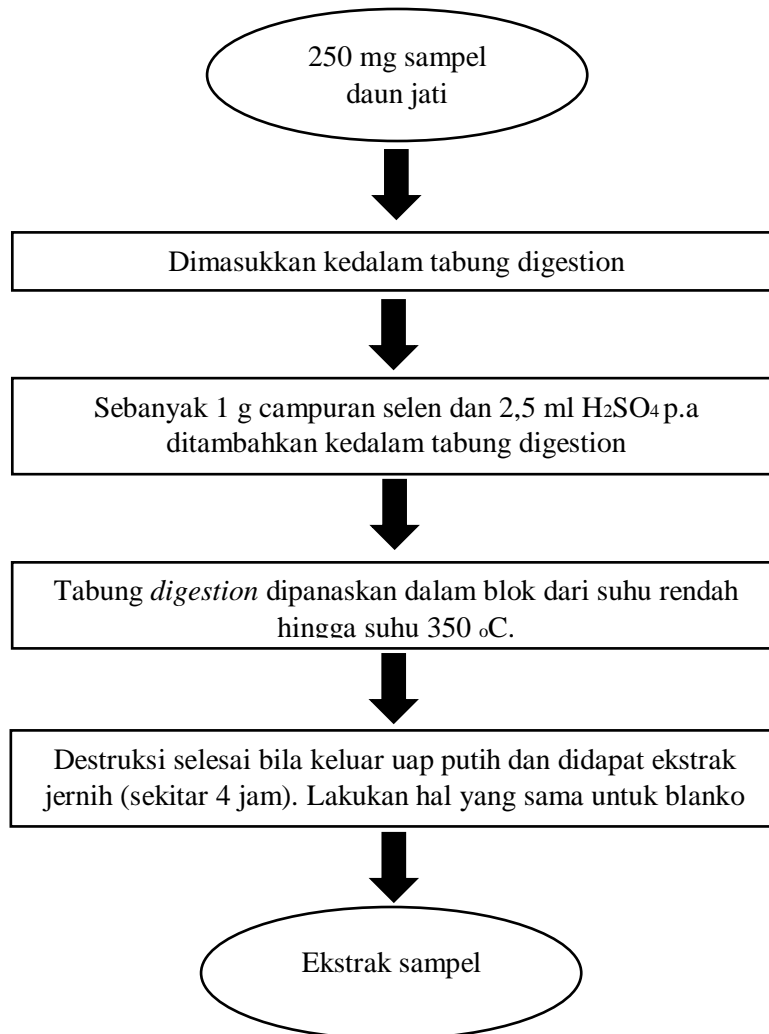
$$\% RSD = \frac{SD}{\bar{X}} = \frac{0,0140}{1,2932} = 0,0108$$

Hasil %RSD < 2 % menunjukkan hasil yang baik karena memenuhi syarat keberterimaan.

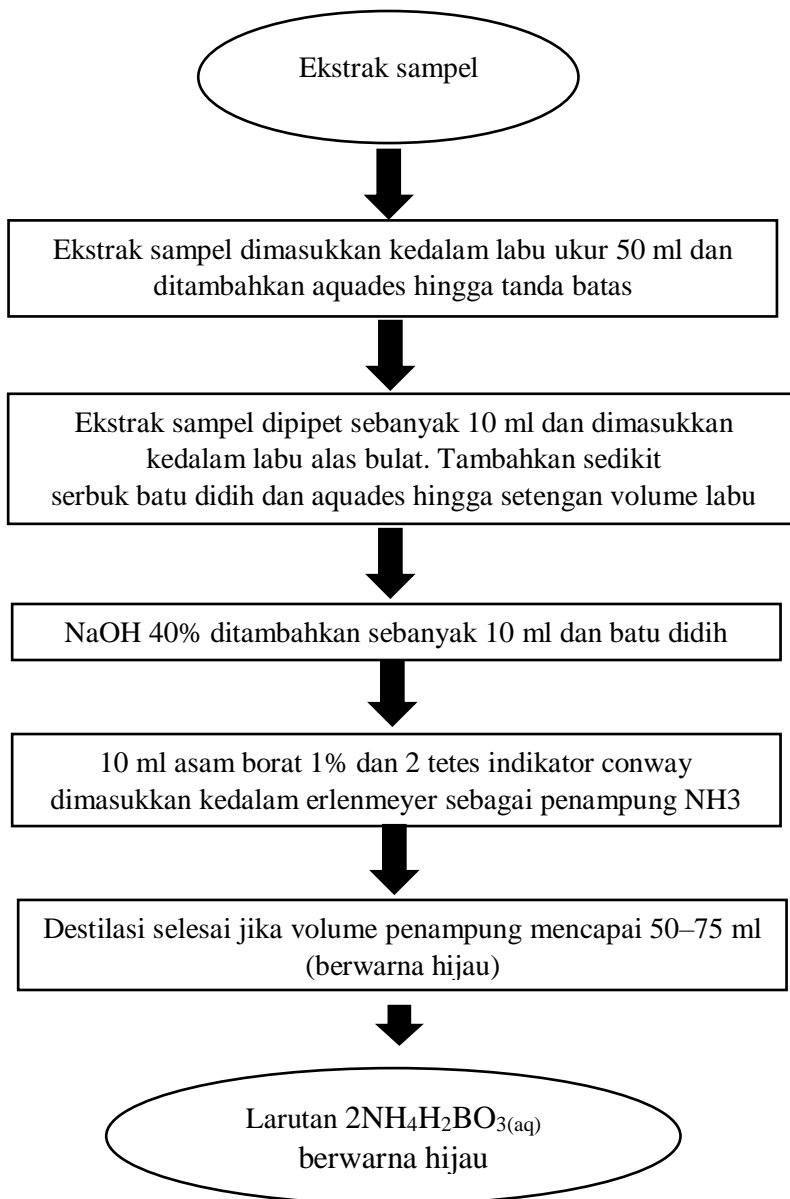
Lampiran 7. Data hasil penentuan estimasi ketidakpastian

A. Prosedur Analisis Nitrogen

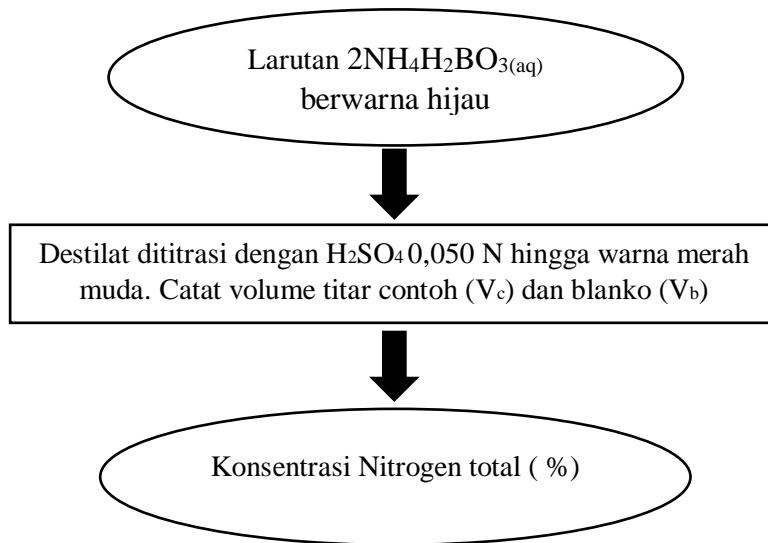
1). Destruksi sampel



2). Pengukuran N dengan cara destilasi



3). Titrasi



B. Rumus perhitungan kadar nitrogen

Cara destilasi:

$$\text{Kadar}(\%N) = \frac{(V_c - V_b) \times N \times \text{bst} \times 14 \times \text{FK} \times 100}{\text{massa sampel}}$$

Keterangan:

V_c, b = ml titar contoh dan blanko

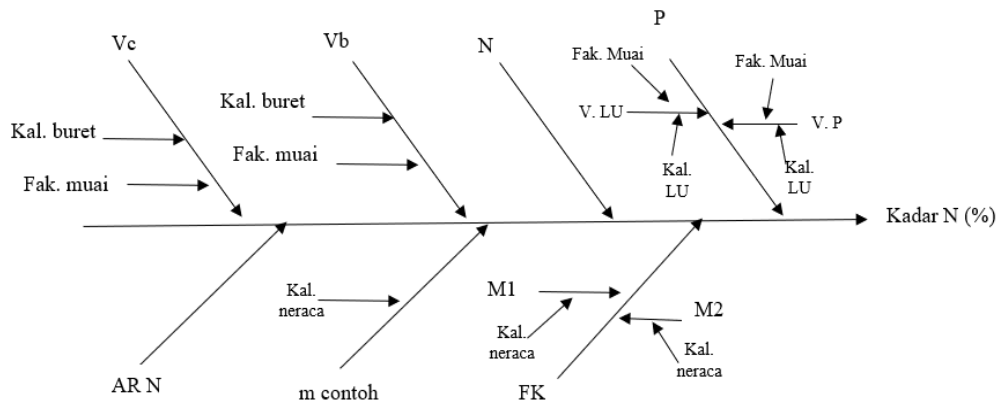
N = normalitas larutan baku H₂SO₄

14 = bobot setara Nitrogen

100 = konversi ke %

fk = faktor koreksi kadar air = 100/(100 - % kadar air)

C. Diagram tulang ikan



D. data hasil estimasi ketidakpastian pengukuran

No	Sumber ketidakpastian	Nilai x	μx	$\mu x/x$	$(\mu x/x)^2$
1.	Volume contoh uji (mL)	0,9925	0,00507	0,005109	$2,60996 \times 10^{-5}$
2.	Volume blanko (mL)	0,1	0,005001	0,050007	$2,50072 \times 10^{-3}$
3.	Konsentrasi H ₂ SO ₄ (N)	0,05	0,000218	0,004369	$1,90881 \times 10^{-5}$
4.	Faktor Pengenceran	5	0,029688	0,005938	$3,5253 \times 10^{-5}$
5.	Massa atom N(mg/mmol)	14	0,000115	$8,24 \times 10^{-6}$	$6,79621 \times 10^{-11}$
6.	Faktor koreksi kadar air	1,03	0,000527	0,000509	$2,5918 \times 10^{-7}$
7.	Massa contoh (mg)	250	0,0005	0,000002	4×10^{-12}
8.	Presi	1	0,010849	0,010849	$1,17694 \times 10^{-4}$
Jumlah					0,002695231
μG					0,003485444
μperluas					0,0070

Nilai estimasi ketidakpastian pengukuran kadar nitrogen dalam daun jati menggunakan metode kjedahl ketidakpastian gabungan sebesar 0,0034 dan ketidakpastian diperluas 0,0070.

Perhitungan ketidakpastian pengukuran:

1. Ketidakpastian volume titrasi contoh uji Ketidakpastian baku multiburet 20 mL \pm 0,01 mL, 20°C dengan tingkat kepercayaan 95% (k =2) dan volume rata-rata titrasi contoh uji 0,9925 mL

$$\begin{aligned} \mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,01 \text{ mL}}{2} \\ &= 0,005 \text{ mL} \\ \mu_{\text{muai}} &= \frac{\text{volume titrasi contoh uji} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{0,9925 \text{ mL} \times 27^{\circ}\text{C} - 20^{\circ}\text{C} \times 0,00021}{\sqrt{3}} \\ &= 0,000842 \text{ mL} \\ \mu_{\text{G}} &= \sqrt{(\mu_{\text{Kalibrasi}})^2 + (\mu_{\text{muai}})^2} \\ &= \sqrt{(0,005)^2 + (0,000842)^2} \\ &= 0,00507 \text{ mL} \end{aligned}$$

2. Ketidakpastian volume titrasi blanko

Ketidakpastian baku multiburet 20 mL \pm 0,01 mL, 20°C dengan tingkat kepercayaan 95% (k =2) dan volume titrasi blanko 0,1 mL

$$\begin{aligned} \mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,01 \text{ mL}}{2} \\ &= 0,005 \text{ mL} \\ \mu_{\text{muai}} &= \frac{\text{volume multiburet} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{0,1 \text{ mL} \times 27^{\circ}\text{C} - 20^{\circ}\text{C} \times 0,00021}{\sqrt{3}} \\ &= 8,48 \times 10^{-5} \text{ mL} \\ \mu_{\text{G}} &= \sqrt{(\mu_{\text{Kalibrasi}})^2 + (\mu_{\text{muai}})^2} \\ &= \sqrt{(0,005)^2 + (8,48 \times 10^{-5})^2} \\ &= 0,005001 \text{ mL} \end{aligned}$$

3. Ketidakpastian konsentrasi H₂SO₄

$$N_1 = 36 \text{ N}$$

$$N_2 = 4 \text{ N}$$

$$V_2 = 1000 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} V_1 &= \frac{V_2 \times N_2}{N_1} \\ &= \frac{1000 \text{ mL} \times 4 \text{ N}}{36 \text{ N}} \\ &= 111 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$N_2 = 4 \text{ N}$$

$$N_3 = 0,05 \text{ N}$$

$$V_3 = 1000 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} V_{i2} &= \frac{V_3 \times N_3}{N_2} \\ &= \frac{1000 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N}}{4 \text{ N}} \\ &= 12,5 \text{ mL} \end{aligned}$$

a. Ketidakpastian baku larutan H₂SO₄ 96% volume larutan yang dipipet sebanyak 111 ml menggunakan pipet ukur 100 mL ± 0,1 mL, 20°C dengan tingkat kepercayaan 95% (k = 2)

$$\begin{aligned} \mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,1 \text{ mL}}{2} \\ &= 0,05 \text{ mL} \\ \mu_{\text{muai}} &= \frac{\text{volume yang dipipet} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{111 \text{ mL} \times 27^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C} \times 0,00021}{\sqrt{3}} \\ &= 0,0942 \text{ mL} \\ \mu_G &= \sqrt{(\mu_{\text{Kalibrasi}})^2 + (\mu_{\text{muai}})^2} \\ &= \sqrt{(0,05)^2 + (0,0942)^2} \\ &= 0,1066 \text{ mL} \end{aligned}$$

b. Ketidakpastian baku konsentrasi larutan standar H₂SO₄ 96 % ±0,0075, berat jenis 1,84 g/L, bobot molekul H₂SO₄ 98,08 g/mol, valensi 2

$$\begin{aligned} \text{Molaritas H}_2\text{SO}_4 &= \frac{\text{berat jenis atom} \times \text{kemurnian} \times 10}{\text{bobot molekul}} \\ &= \frac{1,84 \text{ g/mL} \times 96 \times 10}{98,08 \text{ g/mol}} \\ &= 18 \text{ M} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Normalitas H}_2\text{SO}_4 &= \text{M} \times \text{valensi} \\ &= 18 \times 2 \\ &= 36 \text{ N} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \mu \text{ H}_2\text{SO}_4 &= \frac{\text{berat jenis atom} \times \text{ketidakpastian kemurnian} \times 1000}{\text{bobot molekul}} \\ &= \frac{1,84 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times 0,0075\% \times 1000}{98,08 \text{ g/mol}} \\ &= 0,001407 \end{aligned}$$

c. Ketidakpastian baku labu ukur 1000 mL ± 0,07 mL, 20°C dengan tingkat kepercayaan 95% (k = 2)

$$\begin{aligned} \mu \text{Kalibrasi} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{1000 \text{ mL}}{2} \\ &= 0,035 \text{ ml} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \mu \text{muai} &= \frac{\text{volume labu ukur} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{1000 \text{ mL} \times 27^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C} \times 0,00021}{\sqrt{3}} \\ &= 0,8487 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \mu G &= \sqrt{(\mu \text{Kalibrasi})^2 + (\mu \text{muai})^2} \\ &= \sqrt{(0,035)^2 + (0,8487)^2} \\ &= 0,8494 \text{ mL} \end{aligned}$$

d. Ketidakpastian baku pipet ukur 25 mL \pm 0,1 mL, 20°C dengan tingkat kepercayaan 95% (k =2) volume yang dipipet 12,5 mL

$$\begin{aligned}\mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,1 \text{ mL}}{2} \\ &= 0,05 \text{ mL} \\ \mu_{\text{muai}} &= \frac{\text{volume yang dipipet} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{12,5 \text{ mL} \times 27^{\circ}\text{C} - 20^{\circ}\text{C} \times 0,00021}{\sqrt{3}} \\ &= 0,0106 \text{ mL} \\ \mu_G &= \sqrt{(\mu_{\text{Kalibrasi}})^2 + (\mu_{\text{muai}})^2} \\ &= \sqrt{(0,05)^2 + (0,0106)^2} \\ &= 0,0511 \text{ mL}\end{aligned}$$

e. Ketidakpastian baku labu ukur 1000 mL \pm 0,07 mL, 20°C dengan tingkat kepercayaan 95% (k =2)

$$\begin{aligned}\mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{1000 \text{ mL}}{2} \\ &= 0,035 \text{ mL} \\ \mu_{\text{muai}} &= \frac{\text{volume labu ukur} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{1000 \text{ mL} \times 27^{\circ}\text{C} - 20^{\circ}\text{C} \times 0,00021}{\sqrt{3}} \\ &= 0,8487 \text{ mL} \\ \mu_G &= \sqrt{(\mu_{\text{Kalibrasi}})^2 + (\mu_{\text{muai}})^2} \\ &= \sqrt{(0,035)^2 + (0,8487)^2} \\ &= 0,8494 \text{ mL}\end{aligned}$$

Ketidakpastian konsentrasi H₂SO₄

Sumber ketidakpastian	simbol	Nilai x	μx	$\mu x/x$	$(\mu x/x)^2$
a. Volume lart std H ₂ SO ₄ 96 %	V1	111 ml	0,1066	0,00096	8,6 x 10 ⁻⁶
b. N lart std H ₂ SO ₄ 96 %	N1	36 N	0,001407	3,9 x 10 ⁻⁵	1,5 x 10 ⁻⁹
c. V.lart std H ₂ SO ₄ 4N	V2	1000 ml	0,8494	8,494 x 10 ⁻⁴	7,21 x 10 ⁻⁷
d. V.lart std H ₂ SO ₄ 4N yang dipipet	Vi2	12,5ml	0,0511	4,08 x 10 ⁻³	1,6 x 10 ⁻⁵
e. V.lart std H ₂ SO ₄ 0,05 N	V3	1000 ml	0,8494	8,494 x 10 ⁻⁴	7,21 x 10 ⁻⁷
Jumlah					1,9 x 10 ⁻⁵
μG					2,18 x 10 ⁻⁴

4. Ketidakpastian faktor pengenceran

a. Ketidakpastian baku labu ukur 50 mL ± 0,06 mL, 20°C dengan tingkat kepercayaan 95% (k =2)

$$\begin{aligned} \mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,06\text{mL}}{2} \\ &= 0,0346 \text{ mL} \\ \mu_{\text{muai}} &= \frac{\text{volume labu ukur} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{50 \text{ mL} \times 27\text{oC} - 20\text{oC} \times 0,00021}{\sqrt{3}} \\ &= 0,0424 \text{ mL} \\ \mu G &= \sqrt{(\mu_{\text{Kalibrasi}})^2 + (\mu_{\text{muai}})^2} \\ &= \sqrt{(0,0346)^2 + (0,0424)^2} \\ &= 0,0547 \text{ mL} \end{aligned}$$

b. Ketidakpastian baku pipet ukur 10 mL \pm 0,1 mL, 20°C dengan tingkat kepercayaan 95% (k =2)

$$\begin{aligned} \mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,1 \text{ mL}}{2} \\ &= 0,05 \text{ mL} \\ \mu_{\text{muai}} &= \frac{\text{volume pipet ukur} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{10 \text{ mL} \times 270\text{C} - 200\text{C} \times 0,00021}{\sqrt{3}} \\ &= 0,0085 \text{ mL} \\ \mu_{\text{G}} &= \sqrt{(\mu_{\text{Kalibrasi}})^2 + (\mu_{\text{muai}})^2} \\ &= \sqrt{(0,05)^2 + (0,0085)^2} \\ &= 0,0583 \text{ mL} \end{aligned}$$

Ketidakpastian faktor pengenceran

Sumber ketidakpastian	Nilai x	μx	$\mu x/x$	$(\mu x/x)^2$
Labu ukur 50 ml	50	0,0547	0,0010	$1,2 \times 10^{-6}$
Pipet ukur 10 ml	10	0,0583	0,0058	$3,4 \times 10^{-5}$
Jumlah				$3,5 \times 10^{-5}$
μ_{G}				0,0296

5. Massa atom N

Ketidakpastin baku massa atom Nitrogen 0,0002 dengan (k= $\sqrt{3}$)

$$\begin{aligned} \mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,0002}{\sqrt{3}} \\ &= 0,000115 \end{aligned}$$

6. Faktor koreksi

a. Kedakpastian baku oven $\pm 1,4$ dengan tingkat kepercayaan 95% ($k = 2$) nilai x 105 °C

$$\begin{aligned}\mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{1,4}{k} \\ &= \frac{0,001 \text{ g}}{2} \\ &= 0,7\end{aligned}$$

$$\mu_{x/x} = \frac{0,7}{105} = 0,00667$$

$$(\mu_{x/x})^2 = (0,00667)^2 = 4,44 \times 10^{-5}$$

b. Ketidakpastian baku neraca analitik $\pm 0,001$, 20°C dengan tingkat kepercayaan 95% ($k = 2$) nilai x 1

$$\begin{aligned}\mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,001 \text{ g}}{2} \\ &= 0,0005 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\mu_{x/x} = \frac{0,0005}{1} = 0,0005$$

$$(\mu_{x/x})^2 = (0,0005)^2 = 2,5 \times 10^{-7}$$

$$\mu G = \sqrt{(\mu_{\text{oven}})^2 + (\mu_{\text{neraca}})^2}$$

$$\begin{aligned}&= \sqrt{(0,000044)^2 + (0,0000025)^2} \\ &= 0,02256 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu_{\text{faktor koreksi}} &= (\mu G)^2 \times f_k \\ &= (0,02256)^2 \times 1,0349 \\ &= 0,000527\end{aligned}$$

7. massa contoh

Ketidakpastian baku neraca analitik $\pm 0,001$, 20°C dengan tingkat kepercayaan 95% (k =2)

$$\begin{aligned} \mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,001 \text{ g}}{2} \\ &= 0,0005 \text{ g} \end{aligned}$$

8. Ketidakpastian presisi

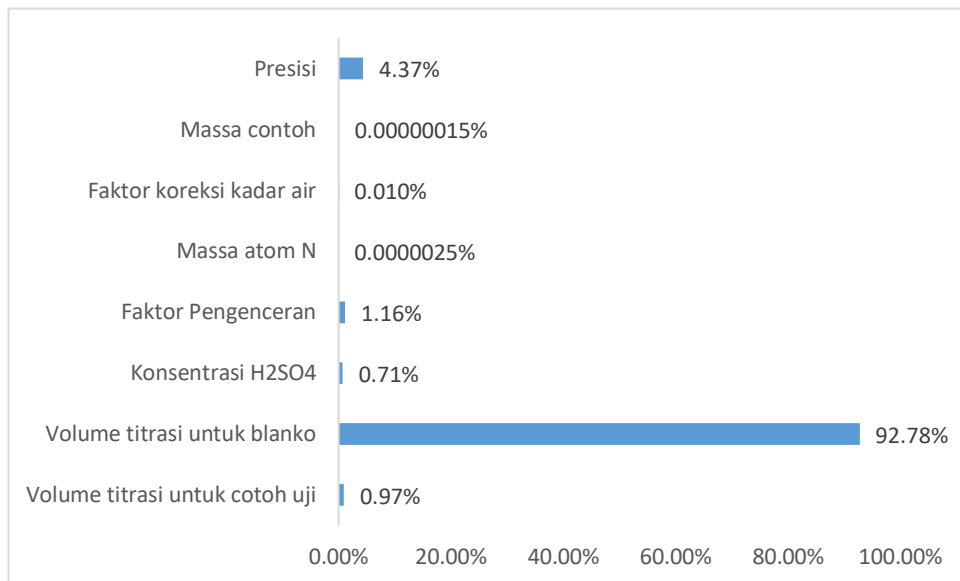
Xi	Xi- \bar{X}	(Xi- \bar{X})²
1,3040	0,0109	1,18 X 10 ⁻⁴
1,2750	-0,0181	3,28 X 10 ⁻⁴
1,2750	-0,0181	3,28 X 10 ⁻⁴
1,3040	0,0109	1,18 X 10 ⁻⁴
1,3040	0,0109	1,18 X 10 ⁻⁴
1,3040	0,0109	1,18 X 10 ⁻⁴
1,3040	0,0109	1,18 X 10 ⁻⁴
1,2750	-0,0181	3,28 X 10 ⁻⁴
1,2932		
	Jumlah	0,00158
	SD	0,0140
	% RSD	0,010849

Perhitungan

Ketidakpastian % RSD 0,0108 dengan nilai k =1

$$\mu_{\text{presisi}} = \frac{\text{RSD}}{k} = \frac{0,0108}{1} = 0,010849$$

E. Evaluasi ketidakpastian



Berdasarkan kurva evaluasi ketidakpastian diatas penyumbang terbesar yaitu volume titrasi blanko.