

RSNI3

RSNI3 7763:2024

Rancangan Standar Nasional Indonesia 3

Pupuk organik padat

Daftar isi

Daftar isi	I
Prakata	II
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif	1
3 Istilah dan definisi.....	1
4 Syarat mutu.....	1
5 Pengambilan contoh.....	2
6 Cara uji	2
7 Syarat lulus uji.....	22
8 Syarat penandaan	22
9 Pengemasan	22
Bibliografi.....	23
Tabel 1 – Syarat mutu pupuk organik padat	1
Tabel 2 – MPN dengan 3 faktor pengenceran	20
Tabel 3 – MPN dengan 3 faktor pengenceran	22

Prakata

SNI 7763:2024, *Pupuk organik padat*, yang dalam bahasa Inggris berjudul *Solid organic fertilizer*, merupakan standar revisi dari SNI 7763:2018, *Pupuk organik padat*. Standar ini disusun dengan jalur pengembangan sendiri dan ditetapkan oleh BSN Tahun 2024.

Standar ini disusun dengan tujuan:

1. Perlindungan konsumen dan produsen pupuk organik padat
2. Mendukung pengembangan industri agrokimia
3. Menyesuaikan standar baku internasional
4. Menjamin mutu produk yang beredar di dalam negeri agar sesuai syarat mutu

Perubahan pada standar ini meliputi:

1. Penambahan syarat mutu dan metode uji kekerasan butir dan kerapatan butiran
2. Perubahan syarat mutu dan metode uji Fe tersedia
3. Perubahan syarat mutu ukuran butir

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 65-06 Produk Agrokimia. Standar ini telah dibahas melalui rapat teknis dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 13 Mei 2024 di Jakarta, yang dihadiri oleh para pemangku kepentingan (stakeholders) terkait, yaitu perwakilan dari pemerintah, pelaku usaha, konsumen, dan pakar. Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 10 Juni 2024 sampai dengan 10 Juli 2024 dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari Standar ini dapat berupa hak kekayaan intelektual (HAKI). Namun selama proses perumusan SNI, Badan Standardisasi Nasional telah memperhatikan penyelesaian terhadap kemungkinan adanya HAKI terkait substansi SNI. Apabila setelah penetapan SNI masih terdapat permasalahan terkait HAKI, Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab mengenai bukti, validitas, dan ruang lingkup dari HAKI tersebut.

Pupuk organik padat

1 Ruang Lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji pupuk organik padat yang digunakan untuk pertanian umum.

2 Acuan Normatif

Dokumen acuan berikut sangat diperlukan dalam penerapan dokumen ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi yang disebutkan yang berlaku. Untuk acuan tidak bertanggal, berlaku edisi terakhir dari dokumen acuan tersebut (termasuk seluruh perubahan/amandemennya).

SNI 0428, Petunjuk pengambilan contoh padatan.

3 Istilah dan Definisi

Untuk tujuan penggunaan standar ini, istilah dan definisi berikut ini berlaku.

3.1

pupuk organik padat

pupuk berbentuk padat berasal dari sisa tumbuhan, tumbuhan mati, kotoran hewan, dan/atau bagian hewan dan/atau limbah organik lainnya yang telah melalui proses rekayasa yang dapat diperkaya dengan bahan mineral dan/atau mikroba yang bermanfaat untuk meningkatkan kandungan hara dan bahan organik tanah, serta memperbaiki sifat fisik dan/atau kimia dan/atau biologi tanah

3.2

bahan ikutan

bahan-bahan yang terbawa di dalam pupuk organik padat yang bukan penyusun pupuk organik seperti beling/pecahan kaca, plastik, kerikil, dan/atau logam

4 Syarat mutu

Syarat mutu pupuk organik padat seperti pada Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 – Syarat mutu Pupuk organik padat

No	Uraian	Satuan	Persyaratan
1.	Bahan ikutan (beling/pecahan kaca, plastik, kerikil dan/ atau logam)	%	Maks. 2
2.	Kadar air	%	8 - 25
3.	C-organik	%	Min. 15
4.	C/N	-	Maks. 25
5.	pH	-	4 - 9

Tabel 1 – Syarat mutu Pupuk organik padat (lanjutan)

No	Uraian	Satuan	Persyaratan
6.	Logam berat		
	Hg	mg/kg	Maks. 1
	Pb	mg/kg	Maks. 50
	Cd	mg/kg	Maks. 2
	As	mg/kg	Maks. 10
	Cr	mg/kg	Maks. 180
	Ni	mg/kg	Maks. 50
7.	Hara makro (N+P ₂ O ₅ +K ₂ O)	%	Min. 2
8.	Hara mikro		
	Fe Total	mg/kg	Maks.15.000
	Fe Tersedia	mg/kg	Maks. 1.000
	Zn Total	mg/kg	Maks. 5.000
9.	Ukuran butiran (2 – 4,75) mm*	%	Min. 60
10.	Kekerasan butir*	-	50 - 90
11.	Kerapatan butiran*	g/ml	0,7 - 0,9
12.	Cemaran mikroba :		
	<i>E - coli</i>	MPN/g	<10 ²
	<i>Salmonella sp</i>	MPN/g	<10 ²
<p>CATATAN Semua persyaratan kecuali kadar air, bahan ikutan, ukuran butir dan cemaran mikroba dihitung atas dasar berat kering (adbk)</p> <p>*untuk pupuk organik granul</p>			

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

6 Cara uji

6.1 Bahan ikutan

6.1.1 Prinsip

Contoh pupuk organik diaduk hingga homogen dan diambil secara kuartering. Bahan yang merupakan bahan ikutan dipisah dan ditimbang.

6.1.2 Peralatan

- a) Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- b) Gelas piala, kapasitas 500 ml;
- c) Baki (*tray*) atau lembaran *aluminium foil*.

6.1.3 Cara kerja

- a) Timbang teliti (200 – 350) g contoh (w_1) kemudian masukkan ke dalam gelas piala;
- b) Tuangkan contoh (w_1) ke dalam baki (*tray*) atau lembaran *aluminium foil*;
- c) Pisahkan bahan yang merupakan bahan ikutan, masukkan ke dalam gelas piala lain yang telah diketahui beratnya;
- d) Timbang contoh (w_2) dalam gelas piala yang berisi bahan ikutan.

6.1.4 Perhitungan

$$\text{Kadar bahan ikutan (\%)} = \frac{w_2}{w_1} \times 100 \% \quad (1)$$

Keterangan :

W_1 = berat contoh, dinyatakan dalam g;

W_2 = berat bahan ikutan, dinyatakan dalam g.

6.2 Penyiapan contoh uji

Contoh yang digunakan untuk pengujian adalah contoh yang telah dipisahkan dari bahan ikutan. Siapkan wadah plastik yang telah diberi kode sesuai contoh asalnya, masukkan contoh pupuk yang telah dihaluskan dengan ukuran $\leq 0,5$ mm atau *mesh* No. 35 ke dalam wadah plastik ini dan tutup rapat untuk pengujian selanjutnya.

6.3 Kadar air

6.3.1 Prinsip

Air dalam contoh pupuk organik padat diuapkan dengan cara pengeringan menggunakan oven pada suhu 105 °C selama 16 jam.

6.3.2 Peralatan

- a) Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- b) Oven listrik;
- c) Desikator;
- d) Cawan porselen.

6.3.3 Cara kerja

- a) Timbang teliti (10 – 12) g contoh yang telah dihaluskan, masukkan ke dalam cawan porselen bertutup yang sudah diketahui beratnya (w_1);
- b) Masukkan ke dalam oven dan keringkan selama 16 jam pada suhu 105 °C;
- c) Dinginkan dalam desikator dan timbang (w_2);
- d) Simpan contoh ini untuk penetapan C-organik (dengan cara pengabuan).

6.3.4 Perhitungan

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{(W_1 - W_2)}{W_1} \times 100\% \quad (2)$$

$$fk = \frac{100}{100 - \text{kadar air}} \quad (3)$$

Keterangan:

- W_1 = berat contoh, dinyatakan dalam g;
 W_2 = berat contoh setelah dikeringkan, dinyatakan dalam g;
 fk = faktor koreksi kadar air.

6.4 C-organik

6.4.1 Prinsip

C-organik ditetapkan dengan cara pengabuan pada suhu (550 – 600) °C, sehingga bahan organik menjadi CO₂ serta logam menjadi oksida logamnya. Berat bahan yang hilang adalah bahan organik yang dapat dikonversi menjadi kadar C-organik setelah dikalikan faktor 0,58.

6.4.2 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Tanur;
- Cawan porselen;
- Desikator.

6.4.3 Cara kerja

- Masukkan contoh setelah penetapan kadar air (w_2) ke dalam tanur;
- Abukan mula-mula pada suhu 300 °C selama 1,5 jam dan selanjutnya pada suhu (550 - 600) °C selama 2,5 jam atau lebih;
- Matikan tanur dan biarkan hingga dingin;
- Dinginkan contoh dalam desikator kemudian timbang (w_3).

6.4.4 Perhitungan

$$\text{Kadar abu (\%)} = \frac{W_3}{W_1} \times 100 \% \quad (4)$$

$$\text{Kadar bahan organik (\%)} = 100 \% - (\% \text{ kadar air} + \% \text{ kadar abu}) \quad (5)$$

$$\text{Kadar C-organik (\%)} = \% \text{ kadar bahan organik} \times 0,58 \times fk \quad (6)$$

Keterangan:

- W_3 = berat abu, dinyatakan dalam g;
 W_1 = berat contoh, dinyatakan dalam g;
 0,58 = faktor konversi bahan organik ke C-organik;
 fk = faktor koreksi kadar air.

6.5 C/N

6.5.1 Nitrogen Total

6.5.1.1 Prinsip

Nitrogen (N-organik dan N-amonium) dalam contoh dihidrolisis dengan asam sulfat membentuk senyawa amonium sulfat $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ dan senyawa nitrat. Senyawa nitrat dengan asam salisilat membentuk nitrosalisilat, kemudian direduksi dengan natrium tiosulfat membentuk senyawa amonium. Senyawa amonium dalam suasana alkali disuling, kemudian ditampung dalam asam borat, dan dititar dengan larutan asam sulfat sampai warna hijau berubah menjadi merah jambu.

6.5.1.2 Peralatan

- a) Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- b) *Digestion apparatus* (pemanas listrik/*block digester*);
- c) Unit destilator;
- d) Labu Kjeldahl;
- e) *Titrator*/buret;
- f) Dispenser;
- g) Erlenmeyer, kapasitas 100 ml atau 200 ml;
- h) Pipet volumetrik, kapasitas 25 ml;
- i) Labu ukur 100 ml, 500 ml, dan 1.000 ml.

6.5.1.3 Pereaksi

- a) Air suling atau air demineral;
- b) Asam sulfat, H_2SO_4 p.a. (95 – 98)%;
- c) Larutan asam sulfat-salisilat, $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_6\text{S}$
Larutkan 25 g asam salisilat dengan asam sulfat (H_2SO_4) p.a. (95 - 98)% hingga mencapai volume 1 l;
- d) Natrium tiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$;
- e) Larutan baku asam sulfat, H_2SO_4 0,05 N
Pipet 25 ml larutan standar asam sulfat (H_2SO_4) 1 N dalam labu ukur 500 ml, tepatkan hingga tanda tera dengan air suling atau air demineral;
- f) Larutan asam borat, H_3BO_3 1%
Timbang 10 g asam borat (H_3BO_3) dan larutkan dalam 1.000 ml air suling atau air demineral;
- g) Indikator Conway
Timbang 0,15 g *bromo cresol green* + 0,1 g *methyl red* dalam 100 ml etanol 96]%;
- h) Larutan natrium hidroksida, NaOH 40%
Timbang 40 g natrium hidroksida (NaOH) dalam labu ukur 100 ml, tepatkan hingga tanda tera dengan air suling atau air demineral.

6.5.1.4 Cara Kerja

- Timbang teliti 0,5 g contoh yang telah dihaluskan ($\leq 0,5$ mm), masukkan ke dalam labu Kjeldahl;
- Tambahkan 10 ml larutan asam sulfat-salisilat, goyang hingga merata dan biarkan semalaman;
- Tambahkan 4 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kemudian panaskan pada suhu rendah hingga gelembung habis. Naikkan suhu secara bertahap sampai dengan 300°C (sekitar 2 jam sampai 3 jam) dan biarkan dingin;
- Suling setelah penambahan 10 ml larutan natrium hidroksida (NaOH) 40% dengan penampung hasil sulingan 20 ml larutan asam borat (H_3BO_3) 1% yang ditambah 3 tetes indikator Conway;
- Hentikan penyulingan bila hasil sulingan mencapai 100 ml;
- Titrat dengan larutan asam sulfat (H_2SO_4) 0,05 N sampai titik akhir titrasi tercapai (warna hijau berubah menjadi merah jambu) dan catat volume akhir titrasi (V_1);
- Lakukan pengerjaan larutan blanko (V_2).

CATATAN 1 Penyulingan dapat menggunakan alat unit destilasi digital.

CATATAN 2 Pengukuran ekstrak dapat juga menggunakan alat CFA (*Continuous Flow Analyzer*)

6.5.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Nitrogen (\%)} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 14,008}{w} \times 100\% \times \text{fk} \quad (7)$$

Keterangan:

- V_1 = volume larutan asam sulfat (H_2SO_4) yang digunakan untuk titrasi contoh, dinyatakan dalam ml;
- V_2 = volume larutan asam sulfat (H_2SO_4) yang digunakan untuk titrasi blanko, dinyatakan dalam ml;
- N = normalitas larutan asam sulfat (H_2SO_4);
- 14,008 = berat atom nitrogen;
- fk = faktor koreksi kadar air;
- W = berat contoh, dinyatakan dalam mg.

6.5.2 Perhitungan C/N

$$\text{C/N} = \frac{\% \text{C-Organik}}{\% \text{Nitrogen}} \quad (8)$$

6.6 pH

6.6.1 Prinsip

Nilai pH menunjukkan konsentrasi ion H^+ dalam larutan, yang dinyatakan sebagai $-\log[\text{H}^+]$. Contoh yang telah dikocok dengan air (perbandingan 1:4), diukur dengan pH Meter.

6.6.2 Peralatan

- Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- pH Meter;
- Botol kocok 100 ml;
- Gelas ukur, kapasitas 50 ml;
- Mesin kocok (*shaker*);
- Labu semprot, kapasitas 500 ml.

6.6.3 Pereaksi

- a) Air suling atau air demineral;
- b) Larutan *buffer* pH 4,0 dan pH 7,0.

6.6.4 Cara kerja

- a) Timbang teliti 5 g contoh yang telah dihaluskan ($\leq 0,5$ mm), masukan ke dalam botol kocok dan tambahkan 20 ml air suling atau air demineral.
- b) Kocok dengan *shaker* selama 30 menit.
- c) Ukur pH suspensi contoh dengan pH Meter yang telah dikalibrasi menggunakan larutan *buffer* pH 7,0 dan 4,0.

6.7 Logam berat (Hg, Pb, Cd, As, Cr dan Ni)

6.7.1 Merkuri (Hg)

6.7.1.1 Prinsip

Merkuri dioksidasi dengan asam nitrat (HNO_3) menjadi ion merkuri, kemudian direduksi dengan hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) menjadi logam merkuri dilanjutkan dengan analisis menggunakan spektrofotometer serapan atom uap dingin pada panjang gelombang 253,7 nm.

6.7.1.2 Peralatan

- a) Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang (190 – 870) nm dan lebar celah (0,2 – 0,7) nm;
- b) Lampu katoda Hg;
- c) *Mercury vapour unit* (MVU);
- d) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- e) Labu destruksi yang dihubungkan dengan pendingin refluks.

6.7.1.3 Pereaksi

- a) Air suling atau air demineral;
- b) Asam nitrat, HNO_3 p.a. 65%;
- c) Larutan kalium permanganat, KMnO_4 0,5%;
- d) Asam sulfat, H_2SO_4 p.a. (95 – 98)%;
- e) Larutan natrium klorida hidroksilamin sulfat
larutkan 120 g natrium klorida (NaCl) dan 120 g hidroksilamin sulfat $\{(\text{NH}_2\text{OH})_2\text{H}_2\text{SO}_4\}$ dalam 1 l air;
- f) Larutan timah (II) klorida, SnCl_2 0,1% dalam asam sulfat, H_2SO_4 encer
Sebanyak 1 g timah (II) klorida dihidrat ($\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dilarutkan dengan air hingga sekitar 500 ml di dalam labu ukur 1 l. Ditambahkan perlahan 10 ml asam sulfat (H_2SO_4) p.a. sambil labu digoyangkan dan dijadikan 1 l dengan air;
- g) Larutan pengencer asam nitrat, HNO_3 1N;
- h) Larutan standar induk Hg 1.000 mg/l;
- i) Larutan standar Hg 100 mg/l
Pipet 10 ml larutan standar induk Hg 1.000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer asam nitrat (HNO_3) 1N;
- j) Larutan standar Hg 10 mg/l
Pipet 10 ml larutan standar 100 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer asam nitrat (HNO_3) 1N;

- k) Larutan standar Hg 1 mg/l
Pipet 10 ml larutan standar 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer asam nitrat (HNO₃) 1N;
- l) Larutan standar kerja Hg (0; 10; 20; 40; 60; 80; 100) µg/l
Pipet (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) ml larutan standar Hg 1 mg/l, masukkan ke dalam labu 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer asam nitrat (HNO₃) 1N.

6.7.1.4 Cara kerja

6.7.1.4.1 Ekstraksi

- Timbang teliti (2 – 5) g contoh, masukkan ke dalam labu destruksi tutup asah yang dapat dihubungkan dengan pendingin refluks;
- Bila perlu basahi contoh dengan ± 5 ml air suling atau air demineral dan tambahkan beberapa butir batu didih;
- Tambahkan (10 – 20) ml asam nitrat (HNO₃) p.a. dan 10 ml asam sulfat (H₂SO₄) p.a.;
- Hubungkan dengan pendingin refluks. Direkomendasikan untuk mendinginkan selama satu malam;
- Panaskan selama kurang lebih satu jam.
- Hentikan pemanasan bila muncul uap putih. Dinginkan, tambahkan 2 ml larutan kalium permanganat (KMnO₄) 0,5% dan didihkan. Jika larutan tetap tidak berwarna, tambah lagi larutan kalium permanganat (KMnO₄) hingga warna ungu stabil minimal 10 menit;
- Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml sambil membilas labu refluks;
- Tepatkan hingga tanda tera dengan air suling dan bila perlu disaring.

6.7.1.4.2 Pengukuran

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan kondisi alat;
- Pindahkan larutan standar dan contoh ke dalam tabung SSA, tambah tetes demi tetes larutan hidrosilamin hidroklorida (NH₂OH.HCl) hingga warna ungu kalium permanganat (KMnO₄) tidak muncul lagi (tepat hilang);
- Segera tambahkan 10 ml larutan timah (II) klorida (SnCl₂) 0,1% dan langsung hubungkan dengan peralatan aerasi SSA;
- Ukur absorbansi larutan standar dan contoh dengan alat SSA.

6.7.1.4.3 Perhitungan

$$\text{Kadar Hg (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W} \times \frac{1}{1.000} \times fp \times fk \quad (9)$$

Keterangan:

- C = konsentrasi Hg larutan contoh hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar, dinyatakan dalam µg/l;
- V = volume ekstrak, dinyatakan dalam ml;
- W = berat contoh, dinyatakan dalam g;
- fp = faktor pengenceran (bila ada);
- fk = faktor koreksi kadar air;
- $\frac{1}{1.000}$ = faktor konversi dari µg ke mg.

6.7.2 Timbal (Pb), Kadmium (Cd), Arsen (As), Krom (Cr), dan Nikel (Ni)

6.7.2.1 Prinsip

Contoh dioksidasi basah dengan asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4). Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur Pb, Cd, As, Cr, dan Ni dengan spektrofotometer serapan atom (SSA).

6.7.2.2 Peralatan

- a) Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- b) Labu *digestion*;
- c) *Block digester*;
- d) *Microwave digester*;
- e) Labu ukur 50 ml atau 100 ml;
- f) Kertas saring;
- g) Dispenser skala 0 ml – 10 ml/pipet volume 1 ml, 5 ml dan 10 ml;
- h) Pipet volume 25 ml;
- i) Spektrofotometer serapan atom (SSA);
- j) Lampu katoda Pb, Cd, As, Cr, dan Ni;
- k) *Hydride vapour generator (HVG)/hydride vapour unit (HVU)/Graphite Furnace AAS*.

6.7.2.3 Preaksi

- a) Air suling atau air demineral;
- b) Asam nitrat, HNO_3 p.a. 65%;
- c) Asam perklorat, HClO_4 p.a. 70%;
- d) Larutan standar 0 mg/l
Pipet 20 ml asam perklorat (HClO_4) p.a. ke dalam labu ukur 1.000 ml yang telah berisi air suling atau air demineral kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air suling atau air demineral hingga tepat 1.000 ml;
- e) Larutan natrium borohidrida, NaBH_4
Larutkan 3 g natrium borohidrida (NaBH_4) dan 3 g natrium hidroksida (NaOH) dalam 500 ml air suling atau air demineral;
- f) Larutan asam klorida, HCl 8 M
Encerkan 66 ml asam klorida (HCl) p.a. 37% hingga 100 ml dengan air suling atau air demineral;
- g) Larutan kalium iodida, KI 20%
Timbang 20 g kalium iodida (KI) ke dalam labu ukur 100 ml dan tambahkan air suling atau air demineral hingga tanda tera (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan);
- h) Larutan standar induk Pb 1.000 mg/l;
- i) Larutan standar induk Cd 1.000 mg/l;
- j) Larutan standar induk As 1.000 mg/l;
- k) Larutan standar induk Cr 1.000 mg/l;
- l) Larutan standar induk Ni 1.000 mg/l;
- m) Larutan standar Pb 100 mg/l
Pipet 10 ml larutan standar induk Pb 1.000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- n) Larutan standar Cd 100 mg/l
Pipet 10 ml larutan standar induk Cd 1.000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- o) Larutan standar As 100 mg/l

- Pipet 10 ml larutan standar induk As 1.000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- p) Larutan standar Cr 100 mg/l
Pipet 10 ml larutan standar induk Cr 1.000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- q) Larutan standar Ni 100 mg/l
Pipet 10 ml larutan standar induk Ni 1.000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- r) Larutan standar Cd 10 mg/l
Pipet 10 ml larutan standar Cd 100 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- s) Larutan standar As 10 mg/l
Pipet 10 ml larutan standar As 100 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- t) Larutan standar As 1 mg/l
Pipet 10 ml larutan standar As 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- u) Larutan standar kerja Pb: 0 mg/l; 2 mg/l; 4 mg/l; 8 mg/l; 12 mg/l; 16 mg/l; dan 20 mg/l
Pipet masing-masing (0; 2; 4; 8; 12; 16; 20) ml larutan standar 100 mg/l Pb ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- v) Larutan standar kerja Cd: 0 mg/l; 0,2 mg/l; 0,4 mg/l; 0,8 mg/l; 1,2 mg/l; 1,6 mg/l; dan 2 mg/l
Pipet masing-masing (0; 2; 4; 8; 12; 16; 20) ml larutan standar 10 mg/l Cd ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- w) Larutan standar kerja As: 0 µg/l; 10 µg/l; 20 µg/l; 40 µg/l; 60 µg/l; 80 µg/l; dan 100 µg/l
Pipet masing-masing (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) ml larutan standar 1 mg/l As ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- x) Larutan standar kerja Cr: 0 mg/l; 2 mg/l; 4 mg/l; 8 mg/l; 12 mg/l; 16 mg/l; dan 20 mg/l
Pipet masing-masing (0; 2; 4; 8; 12; 16; 20) ml larutan standar 100 mg/l Cr ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- y) Larutan standar kerja Ni (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) mg/l
Pipet masing-masing (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) ml larutan standar 100 mg/l Ni ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l.

6.7.2.4 Cara kerja

6.7.2.4.1 Ekstraksi

6.7.2.4.1.1 Ekstraksi menggunakan *block digester*/sistem destruksi terbuka

- Timbang teliti (0,5 – 1) g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam labu *digestion*;
- Tambahkan (5 – 10) ml asam nitrat (HNO₃) p.a. dan (1 – 2) ml asam perklorat (HClO₄) p.a., kocok dan biarkan semalam;
- Panaskan pada *block digester* mulai dengan suhu 100 °C, setelah uap kuning habis suhu dinaikan hingga 200 °C. Destruksi diakhiri bila sudah keluar uap putih dan cairan dalam labu tersisa sekitar 0,5 ml;
- Dinginkan dan encerkan dengan air dan volume tepatkan menjadi 50 ml atau 100 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau saring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih;

6.7.2.4.1.2 Ekstraksi menggunakan *microwave digester*/sistem destruksi tertutup

- Timbang teliti 1 g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam *digestion vessel*;

- b) Tambahkan 10 ml asam nitrat (HNO₃) p.a., *predigest* pada suhu ruangan;
- c) Tutup vessel dan tempatkan dalam *microwave*, atur *power* berdasarkan jumlah contoh/*vessel* yang digunakan. Naikkan suhu ke 200 °C dalam waktu 15 menit;
- d) Panaskan pada *microwave digester* pada suhu 200 °C selama 20 menit;
- e) Dinginkan *vessel*, pindahkan ekstrak ke labu ukur 100 ml, encerkan dengan air dan volume tepatkan hingga tanda tera, kocok hingga homogen. Biarkan semalam atau saring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

6.7.2.4.2 Pengukuran

6.7.2.4.2.1 Pengukuran Pb, Cd, Cr, dan Ni

Ukur ekstrak contoh jernih dan larutan standar kerja dengan SSA dan catat nilai absorbansinya.

6.7.2.4.2.2 Pengukuran As

- a) Hubungkan generator HVG pada SSA berikut kelengkapannya, kemudian nyalakan alat, atur kondisi alat sesuai dengan instruksi kerja alat;
- b) Siapkan larutan natrium borohidrida (NaBH₄) dan asam klorida (HCl) 8 M dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat;
- c) Pipet 25 ml ekstrak contoh dan larutan standar kerja, tambahkan 2 ml asam klorida (HCl) 8 M dan 0,1 ml kalium iodida (KI) 20%, kemudian biarkan minimal 2 menit;
- d) Nyalakan *burner* serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh;
- e) Ukur absorbansi larutan standar kerja dan contoh.

6.7.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Pb, Cd, Cr, Ni (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W} \times \mathbf{fp} \times \mathbf{fk} \quad (10)$$

$$\text{Kadar As (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W} \times \frac{1}{1.000} \times \mathbf{fp} \times \mathbf{fk} \quad (11)$$

Keterangan:

- C = konsentrasi larutan contoh hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar, dinyatakan dalam mg/l untuk Pb, Cd, Cr dan Ni atau µg/l untuk As;
- V = volume ekstrak, dinyatakan dalam ml;
- W = berat contoh, dinyatakan dalam g;
- fp = faktor pengenceran (bila ada);
- fk = faktor koreksi kadar air;
- $\frac{1}{1.000}$ = faktor konversi dari µg ke mg.

6.8 Hara Makro (P₂O₅ dan K₂O)

6.8.1 Prinsip

Contoh dioksidasi basah dengan asam nitrat (HNO₃) dan asam perklorat (HClO₄). Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur P dan K.

6.8.2 Peralatan

- a) Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- b) Labu *digestion*;
- c) *Block digester*;
- d) *Microwave digester*;
- e) Labu ukur 50 ml atau 100 ml;
- f) Kertas saring;
- g) Tabung kimia volume 20 ml;
- h) *Vortex mixer*;
- i) Dispenser skala 0 ml - 10 ml/pipet volume 1 ml dan 10 ml;
- j) Spektrofotometer *visible*;
- k) Spektrofotometer serapan atom (SSA) atau flamefotometer;
- l) Lampu katoda K.

6.8.3 Pereaksi

- a) Air suling atau air demineral;
- b) Asam nitrat, HNO_3 p.a. 65%;
- c) Asam perklorat, HClO_4 p.a. 70%;
- d) Larutan standar 0 mg/l
Pipet 20 ml asam perklorat (HClO_4) p.a. ke dalam labu ukur 1.000 ml yang telah berisi air suling atau air demineral kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air suling atau air demineral hingga tepat 1.000 ml;
- e) Larutan standar induk 2.000 mg/l P dalam H_2O
Timbang 8,7742 g kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4) (yang telah dikeringkan pada 130 °C selama 2 jam), masukkan ke dalam labu ukur 1 l, tepatkan hingga tanda tera dengan air suling atau air demineral; atau larutan standar induk yang sudah diketahui kemurniannya;
- f) Larutan standar 500 mg/l P, dalam air suling atau air demineral
Pipet 25 ml larutan standar induk 2.000 mg/l P ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 2 ml asam perklorat (HClO_4) p.a. dan air suling atau air demineral hingga 100 ml;
- g) Larutan standar induk 1.000 mg/l K dalam air suling atau air demineral;
- h) Larutan standar 100 mg/l K, dalam air suling atau air demineral
Pipet 10 ml larutan standar induk 1.000 mg/l K ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 2 ml asam perklorat (HClO_4) p.a. dan air suling atau air demineral hingga 100 ml;
- i) Larutan standar kerja 0 mg/l; 2 mg/l; 4 mg/l; 8 mg/l; 12 mg/l; 16 mg/l; dan 20 mg/l P
Pipet masing-masing 0; 0,4; 0,8; 1,6; 2,4; 3,2; 4,0 ml larutan standar 500 mg/l P ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan larutan standar 0 mg/l hingga masing-masing menjadi 100 ml, kocok;
- j) Larutan standar kerja 0 mg/l; 0,5 mg/l; 1 mg/l; 2 mg/l; 3 mg/l; 4 mg/l; dan 5 mg/l K
Pipet masing-masing 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 ml larutan standar 100 mg/l K ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan masing-masing 10 ml larutan lantanum (III) klorida (LaCl_3) lalu tepatkan hingga tanda tera menggunakan larutan standar 0 mg/l, kocok;
- k) Pereaksi fosfat molibdat pekat
12 g amonium heptamolibdat tetrahidrat ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$) + 0,275 g kalium antimonitrat ($\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$) + 140 ml asam sulfat (H_2SO_4) dalam 1.000 ml air suling atau air demineral;
- l) Pereaksi fosfat molibdat encer
(dibuat ketika akan digunakan, tidak dapat disimpan); 0,53 g asam askorbat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) + 50 ml pereaksi fosfat molibdat pekat dijadikan 500 ml dengan air suling atau air demineral;
- m) Larutan lantanum (III) klorida, LaCl_3 25.000 mg/l
67 g lantanum (III) klorida heptahidrat ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) + 15 ml asam klorida (HCl) 25% dalam 1.000 ml air suling atau air demineral.

6.8.4 Cara kerja

6.8.4.1 Ekstraksi

6.8.4.1.1 Ekstraksi menggunakan *block digester*/sistem destruksi terbuka

- Timbang teliti (0,5 – 1) g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam labu *digestion*;
- Tambahkan (5 – 10) ml asam nitrat (HNO₃) p.a. dan (1 – 2) ml asam perklorat (HClO₄) p.a., kocok dan biarkan semalam;
- Panaskan pada *block digester* mulai dengan suhu 100 °C, setelah uap kuning habis suhu dinaikan hingga 200 °C. Destruksi diakhiri bila sudah keluar uap putih dan cairan dalam labu tersisa sekitar 0,5 ml;
- Dinginkan dan encerkan dengan air dan volume tepatkan menjadi 50 ml atau 100 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau saring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

6.8.4.1.2 Ekstraksi menggunakan *microwave digester*/sistem destruksi tertutup

- Timbang teliti 1 g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam *digestion vessel*;
- Tambahkan 10 ml asam nitrat (HNO₃) p.a., *predigest* pada suhu ruangan;
- Tutup *vessel* dan tempatkan dalam *microwave*, atur *power* berdasarkan jumlah contoh/*vessel* yang digunakan. Naikkan suhu ke 200 °C dalam waktu 15 menit;
- Panaskan pada *microwave digester* pada suhu 200 °C selama 20 menit;
- Dinginkan *vessel*, pindahkan ekstrak ke labu ukur 100 ml, encerkan dengan air dan volume tepatkan hingga tanda tera, kocok hingga homogen. Biarkan semalam atau saring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

6.8.4.2 Pengukuran

6.8.4.2.1 Pengukuran P₂O₅

- Pipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung kimia volume 20 ml, begitupun masing-masing deret standar kerja P;
- Tambahkan masing-masing 9 ml pereaksi fosfat molibdat encer ke dalam setiap contoh dan deret standar kerja, kocok dengan *vortex mixer* sampai homogen;
- Diamkan (15 – 25) menit, lalu ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm (λ maksimum disesuaikan kondisi alat) dan catat nilai absorbansinya.

6.8.4.2.2 Pengukuran K₂O

- Pipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung kimia volume 20 ml;
- Tambahkan masing-masing 1 ml larutan lantanum (III) klorida LaCl₃ dan encerkan sampai 10 ml menggunakan larutan standar 0 mg/l, kocok dengan *vortex mixer* sampai homogen;
- Ukur absorbansi larutan dengan alat SSA atau flamefotometer pada panjang gelombang 766,5 nm.

6.8.5 Perhitungan

$$\text{Kadar P}_2\text{O}_5 (\%) = C \times \frac{V}{1.000} \times \frac{100}{W} \times \frac{142}{62} \times fp \times fk \quad (12)$$

$$\text{Kadar K}_2\text{O} (\%) = C \times \frac{V}{1.000} \times \frac{100}{W} \times \frac{94}{78} \times fp \times fk \quad (13)$$

$$\text{Kadar Hara Makro (\%)} = \text{Kadar P}_2\text{O}_5 + \text{Kadar K}_2\text{O} + \text{Kadar N} \quad (14)$$

Keterangan:

Kadar N diperoleh dari hasil pengujian Nitrogen total

- C = kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko, dinyatakan dalam mg/l;
 V = volume ekstrak, dinyatakan dalam ml;
 W = berat contoh, dinyatakan dalam mg;
 fp = faktor pengenceran (bila ada);
 fk = faktor koreksi kadar air;
 100 = faktor konversi ke %;
 142/62 = faktor konversi bentuk P menjadi P₂O₅;
 94/78 = faktor konversi bentuk K menjadi K₂O.

6.9 Hara mikro (Fe total, Fe tersedia dan Zn total)**6.9.1 Fe total dan Zn total****6.9.1.1 Prinsip**

Contoh dioksidasi basah dengan asam nitrat (HNO₃) dan asam perklorat (HClO₄). Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur Zn dan Fe dengan spektrofotometer serapan atom (SSA).

6.9.1.2 Peralatan

- a) Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- b) Labu *digestion*;
- c) *Block digester*;
- d) *Microwave digester*;
- e) Kertas saring;
- f) Dispenser skala 0 – 10 ml / pipet volume 1 ml dan 10 ml;
- g) Spektrofotometer serapan atom (SSA);
- h) Lampu katoda Fe;
- i) Lampu katoda Zn;
- j) Labu ukur 100 ml dan 1.000 ml.

6.9.1.3 Pereaksi

- a) Air suling atau air demineral;
- b) Asam nitrat, HNO₃ p.a. 65%;
- c) Asam perklorat, HClO₄ p.a. 70%;
- d) Larutan standar 0 mg/l
Pipet 20 ml asam perklorat (HClO₄) p.a. ke dalam labu ukur 1.000 ml yang telah berisi air suling atau air demineral kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air suling atau air demineral hingga tepat 1.000 ml;
- e) Larutan standar induk 1.000 mg/l Fe;
- f) Larutan standar induk 1.000 mg/l Zn;
- g) Larutan standar 100 mg/l Fe
Pipet 10 ml larutan standar induk 1.000 mg/l Fe ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- h) Larutan standar 100 mg/l Zn
Pipet 10 ml larutan standar induk 1.000 mg/l Zn ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;

- i) Larutan standar 10 mg/l Zn
Pipet 10 ml larutan standar induk 100 mg/l Zn ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0 mg/l;
- j) Larutan standar kerja (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) mg/l Fe
Pipet masing-masing (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) ml larutan standar 100 mg/l Fe ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera menggunakan larutan standar 0 mg/l;
- k) Larutan standar kerja (0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5) mg/l Zn
Pipet masing-masing (0; 2,5; 5; 10; 15; 20; 25) ml larutan standar 10 mg/l Zn ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera menggunakan larutan standar 0 mg/l.

6.9.1.4 Cara kerja

6.9.1.4.1 Ekstraksi

6.9.1.4.1.1 Ekstraksi menggunakan *block digester*/sistem destruksi terbuka

- a) Timbang teliti (0,5 – 1) g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam labu *digestion*;
- b) Tambahkan 510 ml asam nitrat (HNO₃) p.a. dan (1 – 2) ml asam perklorat (HClO₄) p.a., kocok;
- c) Panaskan pada *block digester* mulai dengan suhu 100°C, setelah uap kuning habis suhu dinaikan hingga 200 °C. Destruksi diakhiri bila sudah keluar uap putih dan cairan dalam labu tersisa sekitar 0,5 ml;
- d) Dinginkan dan encerkan dengan air dan tepatkan volume menjadi 50 ml atau 100 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau saring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

6.9.1.4.1.2 Ekstraksi menggunakan *microwave digester*/sistem destruksi tertutup

- a) Timbang teliti 1 g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam *digestion vessel*;
- b) Tambahkan 10 ml asam nitrat (HNO₃) p.a., *predigest* pada suhu ruangan;
- c) Tutup *vessel* dan tempatkan dalam *microwave*, atur *power* berdasarkan jumlah contoh/*vessel* yang digunakan. Naikkan suhu ke 200 °C dalam waktu 15 menit;
- d) *Panaskan* pada *microwave digester* pada suhu 200°C selama 20 menit;
- e) Dinginkan *vessel*, pindahkan ekstrak ke labu ukur 100 ml, encerkan dengan air dan tepatkan volume hingga tanda tera, kocok hingga homogen. Biarkan semalam atau saring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

6.9.1.4.2 Pengukuran

Ukur ekstrak contoh jernih dan larutan standar kerja dengan SSA dan catat nilai absorbansinya.

6.9.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Fe, Zn (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W} \times f_p \times f_k \quad (15)$$

Keterangan:

- C = konsentrasi larutan contoh hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar, dinyatakan dalam mg/l;
- V = volume ekstrak, dinyatakan dalam ml;
- W = berat contoh, dinyatakan dalam g;
- f_p = faktor pengenceran (bila ada);
- f_k = faktor koreksi kadar air.

6.9.2 Fe tersedia

6.9.2.1 Prinsip

Contoh diekstrak dengan senyawa khelat. Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur Fe yang terikat senyawa khelat dengan spektrofotometer serapan atom (SSA).

6.9.2.2 Peralatan

- a) SSA;
- b) Lampu katoda Fe;
- c) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- d) Gelas piala 250 ml;
- e) Dispenser/gelas ukur 100 ml;
- f) *Magnetic stirrer*;
- g) Kertas saring.

6.9.2.3 Perekasi

- a) Larutan EDTA 2,5%;
- b) Larutan standar induk Fe 1.000 mg/l;
- c) Larutan standar Fe 100 mg/l
Pipet 10 ml larutan standar induk Fe 1.000 mg/l, kemudian masukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan EDTA 2,5%;
- d) Larutan standar kerja Fe (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) mg/l
Pipet masing-masing (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) ml larutan standar Fe 100 mg/l ke dalam labu 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan EDTA 2,5%;
- e) Larutan asam klorida, HCl 0,5 M.

6.9.2.4 Cara kerja

- Timbang teliti 1 g contoh, kemudian masukkan ke dalam gelas piala 250 ml;
- Tambahkan 100 ml larutan EDTA 2,5%;
- Masukkan *magnetic stirrer* ke dalam gelas piala, kemudian putar selama 5 menit;
- Apabila keruh, saring dengan kertas saring;
- Jika diperlukan, contoh dapat diencerkan menggunakan larutan asam klorida (HCl) 0,5 M;
- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan;
- Ukur absorbansi larutan standar kerja dan contoh dengan alat SSA.

6.9.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Fe tersedia (mg/kg)} = \frac{c \times v}{w} \times fp \times fk \quad (16)$$

Keterangan :

- C = konsentrasi larutan contoh hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar, dinyatakan dalam mg/l;
- V = volume ekstrak, dinyatakan dalam ml;
- W = berat contoh, dinyatakan dalam g;
- fp = faktor pengenceran (bila ada);
- fk = faktor koreksi kadar air.

6.10 Ukuran butiran

6.10.1 Prinsip

Ukuran butiran ditetapkan dengan cara penimbangan contoh yang tidak lolos ayak pada ukuran lubang tertentu.

6.10.2 Peralatan

- Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- Ayakan dengan diameter lubang 2 mm dan 4,75 mm.

6.10.3 Cara kerja

- Timbang teliti (200 – 350) g contoh (w_1);
- Masukkan ke dalam ayakan tersusun (yang paling atas ayakan dengan diameter lubang 4,75 mm selanjutnya ayakan dengan diameter lubang 2 mm);
- Ayak selama 10 menit;
- Timbang contoh yang tidak lolos pada ayakan dengan diameter lubang 2 mm (w_2).

6.10.4 Perhitungan

$$\text{Ukuran butiran} = \frac{w_2}{w_1} \times 100 \% \quad (17)$$

Keterangan :

- w_1 = berat contoh, dinyatakan dalam g;
- w_2 = berat contoh yang lolos ayakan 4,75 mm dan tidak lolos 2 mm, dinyatakan dalam g.

6.11 Kekerasan butir

6.11.1 Prinsip

Kekerasan butir ditetapkan dengan alat ukur durometer shore A yang mengukur kedalaman lekukan pupuk contoh dengan gaya secara konsisten dan tanpa kejutan.

6.11.2 Peralatan

- a) Durometer shore A;
- b) Cawan *stainless*.

6.11.3 Cara kerja

- a) Siapkan contoh pupuk organik granul sebanyak 10 butir dengan mengambil contoh secara acak dari contoh yang telah dihomogenkan;
- b) Ambil 1 butir contoh, lalu masukkan contoh ke dalam cawan *stainless*;
- c) Letakkan alat durometer di pusat atau bagian tengah granul, tekan alat selama 10 detik atau hingga granul pecah. Catat nilai kekerasan yang tertera pada alat;
- d) Lakukan pengulangan hingga contoh yang ke-10.

6.11.4 Perhitungan

$$\text{Nilai rata-rata durometer shore A} = \frac{F_1 + \dots + F_n}{n} \quad (18)$$

Keterangan:

- F = Nilai hasil pengukuran durometer shore A;
n = Jumlah contoh.

6.12 Kerapatan butiran

6.12.1 Prinsip

Kerapatan butiran ditetapkan dengan mengukur berat contoh dalam volume tertentu setelah dilakukan pengetukan.

6.12.2 Peralatan

- a) Gelas ukur 50 ml;
- b) Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- c) Ayakan.

6.12.3 Cara kerja

- a) Timbang gelas ukur 50 ml (w_1);
- b) Masukkan contoh ke dalam gelas ukur 50 ml hingga tanda tera;
- c) Ketuk gelas ukur yang berisi contoh hingga memadat sampai tidak ada perubahan ketinggian;
- d) Tambahkan contoh jika contoh belum memadat hingga tanda tera;
- e) Timbang gelas ukur yang berisi contoh (w_2).

6.12.4 Perhitungan

$$\text{Kerapatan butiran (g/ml)} = \frac{W_2 - W_1}{V} \quad (19)$$

Keterangan:

W_1 = Berat gelas ukur + contoh, dinyatakan dalam g;

W_2 = Berat gelas ukur;

V = Volume gelas ukur, dinyatakan dalam ml.

6.13 Cemaran mikroba *E. coli* dan *Salmonella* sp

6.13.1 *E. coli*

6.13.1.1 Prinsip

Uji *E. coli* dilakukan dengan metode *Most Probable Number (MPN)* melalui 2 tahap yaitu *presumptive test* pada media *Lauryl Sulfat Tryptose Broth (LSTB)* menggunakan tabung Durham bila hasil positif menunjukkan keruh dan terbentuk gas dilanjutkan ke tahap *confirmation test* pada media spesifik *E. coli* yaitu *Eosin Methylen Blue (EMB)* yang ditunjukkan adanya pertumbuhan *E. coli* dengan tanda warna hijau metalik pada koloninya.

6.13.1.2 Peralatan

- a) Cawan petri steril;
- b) Mikropipet 1 ml;
- c) Mikropipet 200 μ l;
- d) Mikrotip 1 ml;
- e) Mikrotip 200 μ l;
- f) Erlenmeyer 250 ml;
- g) Tabung reaksi;
- h) Inkubator;
- i) Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- j) Autoklaf;
- k) Pembakar bunsen;
- l) pH Meter;
- m) Laminar air *flow*;
- n) *Vortex mixer*,
- o) Tabung Durham.

6.13.1.3 Bahan

- a) Pepton *buffer* 0,1%;
- b) Media LSTB;
- c) Media EMB agar.

6.13.1.4 Cara kerja

- a) Simpan contoh di dalam ruang berpendingin dengan suhu (20 – 25) °C sampai contoh dianalisa maksimal 7 hari setelah contoh diterima;
- b) Timbang teliti 5 g contoh, masukkan ke dalam 45 ml pepton *buffer* dan homogenkan;
- c) Buat seri pengenceran 1x, 10x, 100x dengan menggunakan air suling atau air demineral yang disterilkan dengan autoklaf;
- d) Inokulasikan sebanyak 1 ml dari setiap seri pengenceran ke dalam 9 ml media LSTB dalam tabung reaksi dengan tabung Durham, lakukan triplo;
- e) Inkubasi pada suhu (35 – 37) °C selama (24 – 48) jam;
- f) Amati kekeruhan dan pembentukan gas pada tabung tersebut. Apabila LSTB menjadi keruh dan terbentuk gas maka hasilnya positif, demikian halnya apabila media tidak keruh dan tidak terbentuk gas maka hasilnya negatif;
- g) Selanjutnya tabung yang positif diuji lanjut/konfirmasi pada media spesifik agar EMB dengan cara menggoreskan pada media tersebut secara kuadran;
- h) Inkubasi pada suhu (35 – 37) °C selama 24 jam;
- i) Amati pertumbuhan koloni *E. coli* yang berwarna hijau metalik pada media EMB;
- j) Tabung positif yang tidak menghasilkan pertumbuhan kultur *E. coli* pada media EMB maka dinilai sebagai negatif;
- k) Konversikan nilai positif dan negatif tersebut ke dalam angka MPN melalui Tabel MPN;
- l) Lakukan penghitungan nilai MPN/g contoh.

6.13.1.5 Perhitungan

- a) Catat jumlah tabung yang memberikan hasil positif dari pengenceran 1x, 10x dan 100x, triplo;
- b) Sebagai contoh hasil pengamatan dalam Tabel 2;

Tabel 2 – MPN dengan 3 faktor pengenceran

Pengenceran 1x			Pengenceran 10x			Pengenceran 100x			Angka positif
I	II	III	I	II	III	I	II	III	
+	+	+	+	+	-	+	-	-	3 2 1

- c) Selanjutnya lihat pada Tabel MPN dengan 3 faktor pengenceran, dimana angka MPN untuk 3 2 1 adalah 15,00;
- d) Selanjutnya angka tersebut dikalikan faktor pengenceran yang di tengah yaitu 10x, sehingga hasilnya adalah $15,00 \times 10 = 150 = 1,5 \times 10^2$ MPN/g contoh.

6.13.2 *Salmonella* sp

6.13.2.1 Prinsip

Uji Salmonella sp dilakukan dengan metode *Most Probable Number* (MPN) melalui 2 tahap yaitu tahap *presumptive test* menggunakan media cair *Tetrathionate Broth* (TTB), karena *Salmonella sp* dapat mereduksi TTB dan berkembang di media tersebut. Bila menunjukkan hasil positif pada *presumptive test* maka dilanjutkan pada tahap *confirmation test* dengan menggunakan media yang spesifik untuk *Salmonella sp* yaitu media *Salmonella Shigella* (SS) yang ditandai dengan terbentuknya koloni berwarna hitam.

6.13.2.2 Peralatan

- a) Cawan petri steril;
- b) Mikropipet 1 ml;
- c) Mikropipet 200 μ l;
- d) Mikrotip 1 ml;
- e) Mikrotip 200 μ l;
- f) Erlenmeyer 250 ml;
- g) Tabung reaksi;
- h) Inkubator;
- i) Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- j) Autoklaf;
- k) Pembakar bunsen;
- l) pH meter;
- m) *Laminar air flow*;
- n) *Vortex mixer*.

6.13.2.3 Bahan

- a) Media Lactose Broth (LB);
- b) Media TTB;
- c) Media SS agar.

6.13.2.4 Cara kerja

- a) Simpan contoh di dalam ruang berpendingin dengan suhu (20 – 25) °C sampai contoh dianalisa maksimal 7 hari setelah contoh diterima;
- b) Timbang teliti 5 g contoh, masukkan ke dalam 45 ml media LB dan inkubasi pada suhu ruang selama 1 jam;
- c) Atur pH menjadi $6,8 \pm 0,2$;
- d) Inkubasi pada suhu (35 – 37) °C selama 24 jam;
- e) Pipet 1 ml dan buat seri pengenceran 1x, 10x, 100x pada media TTB, lakukan triplo;
- f) Inkubasi pada suhu (35 – 37) °C selama (24 \pm 2) jam;
- g) Amati pertumbuhan bakteri yang dilihat dari kekeruhan media TTB;
- h) Apabila TTB menjadi keruh maka hasilnya positif, demikian halnya apabila media TTB tetap bening maka hasilnya negatif;
- i) Selanjutnya tabung yang positif diuji lanjut/konfirmasi pada media spesifik agar SS dengan cara menggoreskan pada media tersebut secara kuadran;
- j) Inkubasi pada suhu (35 – 37) °C selama 48 jam;
- k) Amati pertumbuhan koloni *Salmonella sp* yang berwarna hitam pada media tersebut;
- l) Tabung positif yang tidak menghasilkan pertumbuhan kultur *Salmonella sp* maka dinilai sebagai negatif;
- m) Konversikan nilai positif dan negatif tersebut ke dalam angka MPN melalui Tabel MPN;
- n) Lakukan penghitungan nilai MPN/g contoh.

6.13.2.5 Perhitungan

- a) Catat jumlah tabung yang memberikan hasil positif dari pengenceran 1x, 10x dan 100x, triplo;
- b) Sebagai contoh hasil pengamatan dalam Tabel 3;

Tabel 3 – MPN dengan 3 faktor pengenceran

Pengenceran 1x			Pengenceran 10x			Pengenceran 100x			Angka positif
I	II	III	I	II	III	I	II	III	
+	+	+	+	+	-	+	-	-	3 2 1

- c) Selanjutnya lihat pada Tabel MPN dengan 3 faktor pengenceran, dimana angka MPN untuk 3 2 1 adalah 15,00;
- d) Selanjutnya angka tersebut dikalikan faktor pengenceran yang di tengah yaitu 10x, sehingga hasilnya adalah $15,00 \times 10 = 150 = 1,5 \times 10^2$ MPN/g contoh.

7 Syarat lulus uji

Pupuk organik padat dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu dan metode uji dokumen SNI ini.

8 Syarat Penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan label, dibuat dalam bahasa Indonesia, sekurang-kurangnya mencantumkan:

- Nama produk/dagang;
- Kadar C-organik, C/N, kadar hara makro ($N+P_2O_5+K_2O$), kadar air dan pH;
- Berat bersih;
- Nama dan alamat pabrikan;
- Nama dan alamat importir (produk impor).

9 Pengemasan

Pupuk organik padat dikemas dalam wadah yang tertutup rapat tidak dipengaruhi dan mempengaruhi isi, aman dalam penyimpanan, pengangkutan, dan distribusi.

Bibliografi

- [1] EN ISO 6579:2017, Microbiology of food and animal feeding stuffs – Horizontal method for the detection of Salmonella spp.
- [2] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 958.01 (2.3.02) Phosphorus (Total) in Fertilizer.
- [3] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 967.05 (2.7.08) Organic matter in peat.
- [4] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 892.01 (2.4.10) Nitrogen (Ammoniacal and Nitrate) in Fertilizers Devarda Method.
- [5] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 967.02 (2.7.02) Preparation of peat test sample.
- [6] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 967.03 (2.7.03) Loss on drying (Moisture) in peat.
- [7] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 994.18 (2.8.03) PH measurement of organic soils.
- [8] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 999.10 (9.1.08) Lead, Cadmium, Zinc, Copper, and iron in foods. Atomic absorption spectrophotometry after microwave digestion.
- [9] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 971.21 (9.2.22) Mercury in food. Flameless atomic absorption spectrophotometric method.
- [10] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 986.15 (9.1.01) Arsenic, Cadmium, Lead, Selenium, and Zinc in human and pet foods. Multielement method.
- [11] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 967.01 (2.6.14) Iron in Fertilizers. Titrimetric Method.
- [12] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 965.09 (2.6.01) Nutrients (Minor) in fertilizers. Atomic absorption spectrophotometric method.
- [13] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 975.02 (2.6.31) Zinc in

fertilizers. Atomic absorption spectrophotometric method.

- [14] Official Methods of Analysis of AOAC International (2019) 21st Ed., Vol. I, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 973.03 (2.7.04) Particle size range of peat. Mechanical analysis.
- [15] Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs, Chapter 2- Fertilizers
- [16] Bacteriological Analysis Manual 2001: Conventional Method for Determining Coliforms and E. coli, p 70-73
- [17] Manual for Determining physical properties of fertilizer, 2016, International Fertilizer Development Center. p 23-30 (IFDC S-107); p 101-105
- [18] Manual of Methods Food Microbiology analysis, 2003, p 14-16
- [19] Metode Analisis Biologi Tanah, Edisi 2, 2022, Balai Penelitian Tanah, Balai Besar Sumber Daya Lahan Pertanian, Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian, Kementerian Pertanian
- [20] P. Nannipieri, Methods in applied soil Biology and Biochemistry, 2003, p 153-158
- [21] Petunjuk Teknis Analisis Kimia Tanah Tanaman Air dan Pupuk, Edisi 3, 2023, Balai Pengujian Standar Instrumen Tanah dan Pupuk, Balai Besar Pengujian Standar Instrumen Sumber Daya Lahan Pertanian, Badan Standardisasi Instrumen Pertanian, Kementerian Pertanian
- [22] RM Atlas, Handbook of Microbiological Media, 2000, p 506; 742; 1080
- [23] RM Atlas, Handbook of Microbiological Media, 2000, p 740; 1221; 1361
- [24] Sifat Fisik Tanah dan Metode Analisisnya, Edisi 2, 2022, Balai Penelitian Tanah, Balai Besar Sumber Daya Lahan Pertanian, Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian, Kementerian Pertanian
- [25] Peraturan Menteri Pertanian Nomor 01 Tahun 2019 tentang Pendaftaran Pupuk Organik, Pupuk Hayati dan Pembenah Tanah

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komtek/Sub Komtek perumus SNI

Komite Teknis 65-06, Produk Agrokimia

[2] Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI

Ketua : Tri Ligayanti

Wakil Ketua : Triyani

Sekretaris : Lita Rahma Pristina

Anggota : William Kusnanto

Mulyadi Benteng

Agung Kurniawan

Retno Yunilawati

Sularsi

Ahmad Randy

Ali Nurdin

Ladiyani Retno Widowati

[3] Konseptor rancangan SNI

1. Ladiyani Retno Widowati

2. Adha Fatmah Siregar

3. Linca Anggria

4. Lenita Herawati

5. Jelly Amalia Santri

6. Vina Agustin

[4] Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI

Pusat Perumusan, Penerapan, dan Pemberlakuan Standardisasi Industri

Badan Standardisasi dan Kebijakan Jasa Industri – Kementerian Perindustrian