

**STUDI PEMBUATAN TES KIT NITROGEN
UNTUK ANALISIS PUPUK BERDASARKAN
PEMBENTUKAN SENYAWA INDOFENOL BIRU**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh
gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Oleh
CHUSNUL CHOTIMAH
0410923007-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2009**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**STUDI PEMBUATAN TES KIT NITROGEN
UNTUK ANALISIS PUPUK BERDASARKAN
PEMBENTUKAN SENYAWA INDOFENOL BIRU**

Oleh
CHUSNUL CHOTIMAH
0410923007-92

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Dr. Hermin Sulistyarti
NIP.131 759 832

Pembimbing II

Ulfa Andayani,S.Si, Msi.
NIP.132 125 720

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 131 653 134

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Chusnul Chotimah
NIM : 0410923007-92
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul : Studi Pembuatan Tes Kit Nitrogen untuk Analisis Pupuk berdasarkan Pembentukan Senyawa Indofenol Biru

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang tercantum di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam tugas akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Januari 2009
Yang menyatakan,

(Chusnul Chotimah)
NIM. 0410923007-92

STUDI PEMBUATAN TES KIT NITROGEN UNTUK ANALISIS PUPUK BERDASARKAN PEMBENTUKAN SENYAWA INDOFENOL BIRU

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian studi pembuatan tes kit nitrogen untuk analisis pupuk berdasarkan pembentukan senyawa indofenol biru. Parameter yang dioptimasi adalah semua reagen yang terlibat dalam pembentukan senyawa indofenol biru. Hasil optimasi digunakan untuk pembuatan tes kit, dan tes kit diuji validitasnya dengan membandingkannya dengan metode standar spektrofotometri. Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan volume NaOCl 0,205 M, fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M dan $MnSO_4$ 0,003 M meningkatkan intensitas warna indofenol biru dengan optimasi volume masing-masing adalah 0,7 mL, 0,45 mL dan 0,5 mL. Sebaliknya peningkatan volume HCl 0,5 M menurunkan intensitas warna indofenol biru dengan volume optimasi sebesar 0,05 mL. Hasil validitasi menunjukkan metode tes kit menghasilkan ketepatan dan ketelitian sebesar 98,61% dan 99,58% pada sampel NPK sehingga tes kit dapat digunakan sebagai alternatif untuk analisis nitrogen amonia pada konsentrasi 1, 3, 5, 7, 10, 13 dan 15% (b/v)

Kata kunci : indofenol biru, tes kit, nitrogen

DEVELOPMENT OF NITROGEN TEST KIT FOR FERTILIZER ANALISYS BASED ON THE FORMATION OF BLUE INDOPHENOL

ABSTRACT

Development of nitrogen test kit for fertilizer analisys based on the formation of blue indophenol has been studied. The optimized parameters involved the all reagents used for formation of blue indophenol. The obtained optimum condition was used for developing test kit, and the validity of test kit was done by comparing to the standard spectrophotometric methods. The result showed that color intensity of blue indophenol increased as the increase of volume of NaOCl 0,205 M, phenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M , and MnSO₄ 0,003 M with the optimum volume of 0,7 ml, 0,45 ml, and 0,5 ml, respectively. On the contrary, color intensity of blue indophenol decreased as the increase of volume of HCl 0,5 M with the optimum volume of 0,05 ml. The result of validity showed that the test kit method resulted with sample of NPK gave result to accuracy of 98,61% and 99,58% so that the test kit can be used for ammonia nitrogen analysis at concentration of 1, 3, 5, 7, 10, 13 and 15% (w/v).

Key words : Blue Indophenol, test kit, nitrogen

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat, hidayah dan ridho serta petunjuk-Nya sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik. Shalawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan Nabi kita Muhammad SAW beserta seluruh umatnya. Skripsi yang berjudul **“STUDI PEMBUATAN TES KIT NITROGEN UNTUK ANALISIS PUPUK BERDASARKAN PEMBENTUKAN SENYAWA INDOFENOL BIRU”** ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana sains dalam bidang kimia fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan yang diberikan oleh berbagai pihak, maka dalam kesempatan ini mengucapkan terima kasih banyak kepada :

1. Dr. Hermin Sulistyarti dan Ulfa Andayani, S.Si., MSi selaku dosen pembimbing I dan II atas segala bimbingan, pengarahan dan kesabaran yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini
2. Dr.Ir. Chasan Bisri selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan selama kuliah
3. Drs. Suratmo, M.Sc, Prof. Dr. drh. Aulanni'am, DES, Ir. Bambang Ismulyanto, MS dan Drs. Dinar P, M.Si selaku dosen penguji yang telah meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan kepada penulis dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
4. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan fasilitas kepada penulis untuk mengadakan penelitian di seluruh laboratorium kimia.
5. Bapak, Ibu, kakak dan pio2 tercinta, terima kasih atas semua doa, semangat, perhatian dan kasih sayangnya selama ini.
6. Semua pihak yang telah membantu penyelesaian tugas akhir ini.

Penulis menyadari bahwa tulisan ini masih banyak kekurangan dan jauh dari sempurna, sehingga kritik dan saran diharapkan dari pembaca. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi pemerhati Kimia dan pembaca sekalian, khususnya penulis.

Malang, Januari 2009

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Pupuk	4
2.2 Nitrogen	4
2.3 Metode Nessler	5
2.4 Metodee Fenat.....	5
2.5 Analisis Spektrofotometri	7
2.6 Analisa Data.....	8
2.7 Hipotesis	9
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	10
3.2 Bahan dan Alat Penelitian.....	10
3.2.1 Bahan penelitian	10
3.2.2 Alat penelitian	10
3.3 Tahapan Penelitian	10
3.4 Prosedur Kerja	
3.4.1 Persiapan sampel	11
3.4.1.1 Larutan [N] 15%	11
3.4.1.2 Sampel pupuk NPK.....	11
3.4.2 Penentuan panjang gelombang maksimum	11

3.4.3 Penentuan waktu pembentukan senyawa indofenol biru	12
3.4.4 Penentuan kondisi optimum reagen	
3.4.4.1 Penentuan volume NaOCl 0,205 M optimum	12
3.4.4.2 Penentuan volume HCl 0,5 M optimum	12
3.4.4.3 Penentuan volume Fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M optimum	13
3.4.4.4 Penentuan volume $MnSO_4$ 0,003 M optimum	13
3.4.5 Pembuatan komparator larutan [N] 1-15%	14
3.4.6 Penentuan nitrogen dalam sampel pupuk dengan metode fenat	14
3.4.7 Uji validitas metode fenat menggunakan metode standar mikrodistilasi untuk penentuan nitrogen dalam sampel pupuk	
3.4.7.1 Pembuatan kurva standar nitrogen	14
3.4.7.2 Penentuan nitrogen dalam sampel pupuk dengan metode standar mikrodistilasi	15
3.5 Perhitungan Persamaan Regresi Linier pada Kurva standar	15
3.5 Uji Presisi dan Akurasi	16
3.6 Uji t	17
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	18
4.2 Penentuan Waktu Pembentukan Senyawa Indofenol Biru	19
4.3 Penentuan Volume NaOCl 0,205 M Optimum	19
4.4 Penentuan Volume HCl 0,5 M Optimum	21
4.5 Penentuan Volume Fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M Optimum	22
4.6 Penentuan Volume $MnSO_4$ 0,003 M Optimum	23
4.7 Pembuatan Komparator Nitrogen 1-15%	24
4.8 Uji Validitas Metode Fenat Menggunakan Metode Mikrodistilasi untuk Penentuan Nitrogen dalam Sampel Pupuk	
4.8.1 Pembuatan kurva standar nitrogen dalam metode standar mikrodistilasi	26

4.8.2 Penentuan nitrogen dalam sampel pupuk dengan metode standar mikrodistilasi	27
4.8.3 Validasi tes kit	27
4.9 Penentuan Presisi dan Akurasi	28
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	30
5.2 Saran	30
DAFTAR PUSTAKA	31
LAMPIRAN	33



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Tahap Reaksi Pembentukan Senyawa Indofenol Biru	7
Gambar 4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	18
Gambar 4.2 Grafik hubungan antara waktu vs absorbansi	19
Gambar 4.3 Penentuan Volume NaOCl 0,205 M Optimum	20
Gambar 4.4 Penentuan Volume HCl 0,5 M Optimum	21
Gambar 4.5 Penentuan Volume Fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M Optimum.....	22
Gambar 4.6 Penentuan Volume $MnSO_4$ 0,003 M Optimum	23
Gambar 4.7 Komparator Nitrogen 1, 3, 5, 7, 10, 13, 15 %	25
Gambar 4.8 Kurva Standar Nitrogen dengan Metode Standar Mikrodistilasi	26
Gambar L.2.7 Kurva standar [N] dengan metode fenat	41
Gambar L.2.8 Kurva standar [N] dengan metode mikrodistilasi.....	43
Gambar L.4 Rangkaian alat mikrodistilasi	55

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.8.2 Perbandingan uji validitas fenat vs mikrodestilasi	28
Tabel 4.9.1 Data % Presisi dan Akurasi Metode Fenat.....	28
Tabel L.2.1 Data panjang gelombang maksimum vs absorbansi ...	37
Tabel L.2.2 Data waktu pembentukan senyawa indofenol biru vs absorbansi	38
Tabel L.2.3 Data Penentuan volume NaOCl 0,205 M Optimum ...	39
Tabel L.2.4 Data Penentuan volume HCl 0,5 M Optimum.....	39
Tabel L.2.5 Data Penentuan volume fenat 2,123 M Optimum.....	40
Tabel L.2.6 Data Penentuan volume MnSO ₄ 0,003 M Optimum...	40
Tabel L.2.7.1 Data absorbansi nitrogen dengan metode fenat.....	41
Tabel L.2.7.2 Penentuan nitrogen pada sampel pupuk dengan metode fenat	41
Tabel L.2.8.1 Data absorbansi nitrogen dengan metode mikrodistilasi.....	42
Tabel L.2.8.2 Penentuan nitrogen pada pupuk NPK secara mikrodistilasi	43

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Perhitungan dan Pembuatan Larutan	33
Lampiran 2 Data Hasil Penelitian	37
Lampiran 3 Diagram Alir	45
Lampiran 4 Rangkaian alat mikrodistilasi	55

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pertanian merupakan bidang penting dalam kehidupan manusia, karena dengan adanya pertanian jaminan akan kebutuhan pokok manusia akan terpenuhi. Suatu masalah akan terjadi ketika masalah pangan tidak lagi tercukupi. Salah satu penyebab masalah ini adalah penurunan produktifitas pertanian. Penurunan produktifitas ini dipacu oleh berbagai hal salah satunya adalah semakin banyak beredarnya pupuk palsu dikalangan petani.

Pupuk palsu adalah pupuk yang kandungan unsurnya tidak sesuai dengan labelnya. Salah satu cara untuk menangani pupuk palsu adalah dengan mengetahui kandungan unsur hara yang dikandungnya, antara lain nitrogen. Nitrogen merupakan komponen utama dari berbagai substansi penting dalam tanaman, dimana sekitar 40–50% kandungan protoplasma yang merupakan substansi hidup dari sel tanaman terdiri dari senyawa nitrogen. Senyawa nitrogen digunakan oleh tanaman untuk membentuk asam amino yang akan diubah menjadi protein. Nitrogen juga dibutuhkan untuk membentuk senyawa penting seperti klorofil, asam nukleat, dan enzim. Karena itu nitrogen dibutuhkan dalam jumlah yang cukup besar pada setiap tahap pertumbuhan tanaman (Gardener, et al., 1991).

Kandungan nitrogen pada pupuk dapat diketahui dengan metode metode Nessler dan metode fenat. Pada metode Nessler memerlukan waktu yang lama dan rumit sehingga tidak bisa dilakukan bagi kebanyakan orang khususnya petani. Selain itu, prosedur tersebut memerlukan reagen kimia yang banyak sehingga menjadi mahal biaya analisisnya, sedangkan metode fenat memungkinkan untuk dapat digunakan sebagai dasar pembuatan tes kit nitrogen baik dibuat berdasarkan komparator larutan maupun komparator kertas saring karena metode fenat sangat mudah dilakukan, memerlukan waktu yang tidak lama dibandingkan metode Nessler serta reagen yang digunakan sedikit dan murah.

Pada penentuan tes kit nitrogen berdasarkan metode fenat menggunakan komparator kertas saring memerlukan waktu yang lama karena proses penambahan reagen dilakukan secara tetes

pertetes dan penambahan reagen ditunggu sampai kertas saring kering sehingga reagen yang ditambahkan tidak meluas dan amoniak bisa tertangkap oleh kertas saring, sedangkan pada tes kit nitrogen dengan metode fenat menggunakan komparator larutan waktu yang dibutuhkan untuk penentuan nitrogen sangat cepat dan lebih mudah dilakukan. Prinsip dari metode fenat menggunakan komparator larutan adalah larutan ammonium yang berada dalam tabung reaksi ditetesi beberapa reagen yaitu : MnSO_4 , NaOCl , HCl dan Fenat. Selanjutnya terbentuk warna biru pada larutan, kemudian warna pada larutan terbentuk dicocokkan dengan komparator larutan nitrogen yang sudah diketahui konsentrasinya. Konsentrasi reagen yang digunakan berdasarkan metode fenat yaitu MnSO_4 0,003 M, NaOCl 0,205 M, HCl 0,5 M dan fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M (Greenberg, et al., 1992). Pada konsentrasi reagen-reagen tersebut bisa membentuk indofenol biru akan tetapi hasilnya kurang maksimal. Kepekatan warna indofenol biru yang terbentuk pada larutan tergantung pada jumlah ion ammonium yang ada dalam larutan dan volume reagen yang ditambahkan, sehingga penambahan volume reagen dalam penelitian ini divariasikan untuk mendapatkan volume optimum reagen pembentukan senyawa indofenol biru. Penentuan nitrogen berdasarkan tes kit nitrogen menggunakan metode fenat berdasarkan komparator larutan dapat dijadikan alternatif untuk penentuan kadar nitrogen dari komparator warna yang dihasilkan. Metode ini cocok untuk analisis di lapangan sehingga dapat mendeteksi pupuk palsu secara mudah dan cepat.

1.1 Perumusan Masalah

- a. Berapa volume optimum [NaOCl] 0,205 M, [HCl] 0,5 M, [MnSO_4] 0,003 M dan fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M yang berpengaruh terhadap intensitas warna pada pembentukan senyawa indofenol biru sebagai dasar pembuatan komparator larutan nitrogen?
- b. Bagaimana tingkat presisi, akurasi dan sensitifitas metode Fenat pada penentuan nitrogen dalam sampel pupuk?

1.2 Batasan Masalah

- a. Sampel yang digunakan adalah ammonium klorida (pro-analisis) dan sampel pupuk NPK
- b. Uji validitas dilakukan dengan menggunakan metode mikrodestilasi

1.3 Tujuan Penelitian

- a. Menentukan volume optimum $[\text{NaOCl}]$ 0,205 M, $[\text{HCl}]$ 0,5 M, $[\text{MnSO}_4]$ 0,003 M, fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M yang berpengaruh terhadap intensitas warna pada pembentukan senyawa indofenol biru sebagai dasar pembuatan komparator larutan nitrogen.
- b. Menentukan tingkat ketepatan, ketelitian dan sensitifitas metode Fenat berdasarkan komparator larutan pada penentuan nitrogen dalam sampel pupuk

1.4 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat digunakan untuk penentuan nitrogen sebagai ammonium dalam pupuk dengan mudah dan cepat.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pupuk

Pupuk adalah setiap bahan yang diberikan ke dalam tanah atau disemprotkan pada tanaman dengan maksud menambah unsur hara yang diperlukan tanaman (Syarief, 1984). Pupuk memiliki jenis yang bermacam-macam. Menurut bentuknya pupuk dibagi menjadi pupuk cair, pupuk prill (butiran halus) dan pupuk tablet. Menurut unsur yang dikandungnya dibagi menjadi pupuk tunggal dan pupuk majemuk. Pupuk tunggal merupakan pupuk yang hanya mengandung salah satu unsur dalam satu kemasan, seperti pupuk urea dan ZA, sedangkan pupuk majemuk merupakan pupuk yang mengandung dua atau lebih dari unsur dalam satu kemasan, seperti pupuk NPK (Lingga, 1989).

2.2 Nitrogen

Nitrogen merupakan komponen utama dari berbagai substansi penting dalam tanaman, dimana sekitar 40–50% kandungan protoplasma yang merupakan substansi hidup dari sel tanaman terdiri dari senyawa nitrogen. Senyawa nitrogen digunakan oleh tanaman untuk membentuk asam amino yang akan diubah menjadi protein. Nitrogen juga dibutuhkan untuk membentuk senyawa penting seperti klorofil, asam nukleat, dan enzim. Karena itu nitrogen dibutuhkan dalam jumlah yang cukup besar pada setiap tahap pertumbuhan tanaman (Gardener, et al., 1991).

Peran utama nitrogen bagi tanaman adalah untuk merangsang pertumbuhan tanaman secara keseluruhan, khususnya batang, cabang dan daun, serta berperan penting dalam pembentukan hijau daun dalam proses fotosintesis (Lingga, 1989).

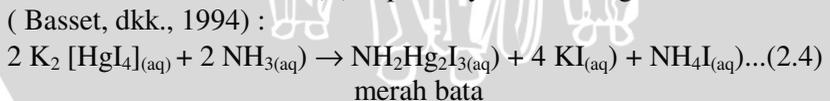
Salah satu cara menambahkan nitrogen pada tanah adalah dengan menggunakan pupuk buatan. Salah satu pupuk nitrogen yang sering digunakan adalah pupuk NPK yang merupakan jenis pupuk kompleks atau majemuk. Pupuk majemuk adalah pupuk yang mengandung beberapa macam nutrisi dalam satu paket pupuk. Pupuk majemuk pada umumnya berbentuk butiran (granular), mudah larut dan mudah digunakan. Penggunaan pupuk NPK ini dapat menghemat

biaya daripada menggunakan pupuk tunggal tetapi dibutuhkan tanaman dapat dipengaruhi tiga elemen nutrisi yang penting (nitrogen, fosfor, kalium). Pupuk majemuk NPK diproduksi dalam berbagai macam perbandingan (N : P : K) antara lain 10-26-26; 12-14-16; 14-35-14; 14-28-14; 17-17-17; 19-19-19; 22-22-11 (Biswas dan Mukherjee, 1987).

2.3 Metode Nessler

Metode Nessler adalah metode yang cukup baik dalam hal stabilitas kimia reagen-reagen yang digunakan dan sensitivitas terhadap ion ammonium. Reagen Nessler, menyebabkan perubahan kuning ke coklat disebabkan reaksi Nessler-ammonia yang menyerap kuat pada panjang gelombang yang lebar dari kuning sampai coklat. Warna kuning menunjukkan konsentrasi nitrogen ammonia yang rendah (0,4 sampai 5 mg/L) yang dapat diukur dengan sensitivitas yang masih diterima pada panjang gelombang pada daerah panjang gelombang 400-425 nm. Warna merah kecokelatan menunjukkan konsentrasi ammonia sekitar 10 mg/L yang dapat diukur pada daerah 450-500 nm. Pada kondisi yang optimum reagen Nessler dapat memberikan respon terhadap konsentrasi nitrogen ammonia yang besarnya 1 g/50 mL (Greenberg, *et al.*, 1992).

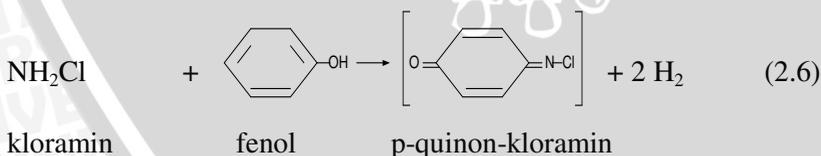
Prinsip penentuan nitrogen secara spektrofotometri dengan reagen Nessler adalah mereaksikan ion ammonium dengan reagen Nessler larutan basa kalium tetraiodomercurat (II) sehingga akan didapatkan larutan yang berwarna merah bata. Pewarnaan larutan yang menghasilkan dalam penentuan nitrogen menggunakan pereaksi Nessler ini sesuai dengan jumlah ammonia atau ammonium yang terikat (Svehla, 1985). Reaksi dengan reagensia Nessler (larutan basa kalium tetraiodomercurat (II) dapat dinyatakan sebagai berikut

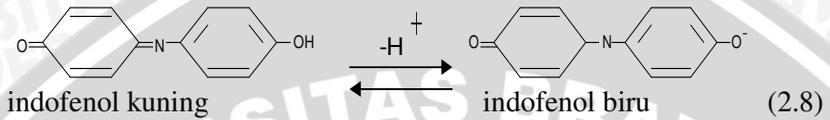
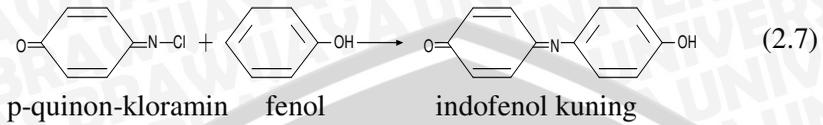


2.4 Metode Fenat

Prinsip dari metode fenat adalah pembentukan senyawa indofenol yang berwarna biru dengan mereaksikan ammonia, hipoklorit dan fenol dengan mangan sebagai katalis (Greenberg, *et*

al., 1992). Indofenol biru terbentuk dengan berbagai reagen diantaranya adalah NaOCl, HCl, fenat dan MnSO₄. NaOCl merupakan padatan kristal berwarna putih. NaOCl mempunyai sifat tidak stabil dan biasanya disimpan dalam bentuk larutannya dalam air (berwarna hijau), digunakan sebagai oksidator dalam pemutihan kertas dan tekstil serta sebagai anti septik dan fungisida (Ham, 2008). Menurut (Stricland dan Parsons, 1994) NaOCl berperan dalam pembentukan senyawa kloramin. Senyawa kloramin selanjutnya bereaksi dengan hipoklorit yang tersisa dan fenol membentuk senyawa quinon kloramin (Falkowska dan Lewandowska 2004) dalam metode fenat. HCl merupakan senyawa anorganik yang tidak berwarna berbau tajam, dapat dibentuk dengan mereaksikan NaCl dengan H₂SO₄ pekat dan larut dalam pelarut air (Ham, 2008). HCl berperan dalam pembentukan kloramin dalam metode fenat. Fenol dapat menyerap air dari udara dan mencair, berbau tidak enak, larut dalam air, eter, kloroform, alkohol, karbon disulfida, gliserol dan larutan alkali. Fenol digunakan dalam pembuatan resin epoksi, larutan indikator dan farmasi (Basri,2003). Peran fenol dalam metode fenat adalah berperan dalam pembentukan warna pada senyawa para quinon kloramin dimana intensitas warna pembentukan tergantung pada konsentrasi senyawa kloramin (Patton dan Crouch, 1977). Reagen selanjutnya MnSO₄, peran MnSO₄ adalah sebagai katalis dalam reaksi antara kloramin dengan fenol (Greenberg *et al.*, 1992) seperti peran dinatrium pentasianonitrosilferrat (III) mengkatalisis kloramin dengan turunan fenol (Honikel dan Heinz, 1976). Tahap pembentukan indofenol dapat dilihat pada Persamaan 2.5–2.7 (Bohley, 1967):





Gambar 2.1 Tahap reaksi pembentukan senyawa indofenol biru.

2.5 Analisis Spektrofotometri

Analisa kuantitatif ini didasarkan pada hukum Lambert-Beer yang menyatakan hubungan antara serapan, tebal cuplikan dan konsentrasi yang dinyatakan dalam persamaan (Silverstein, *et al.*, 1986) :

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c = \log I_0/I_t = \log 1/T = -\log T$$

Dimana I_0 = Intensitas cahaya yang masuk

I_t = Intensitas cahaya yang ditransmisikan

T = Transmittansi

ϵ = absorpsivitas molar ($M^{-1} \text{ cm}^{-1}$)

b = tebal kuvet (cm)

c = konsentrasi (M)

A = absrbansi

Secara teori terdapat hubungan linier antara serapan terhadap konsentrasi apabila pengukuran serapan beberapa larutan standar pada kosentasi tertentu, maka dibuat kurva hubungan antara absorbansi versus konsentrasi (Keenedy, 1984).

Dalam hukum Lambert-Beer hal yang harus diperhatikan (Sastrohamidjoyo, 1991) :

1. Radiasi yang masuk harus monokromatis
2. Spesies penyerap yang satu dengan yang lain tidak saling mempengaruhi pada proses penyerapan

3. Penyerapan terjadi pada volume dan luas penampang yang sama
4. Larutan harus jernih

2.6 Analisa data

Ketepatan (akurasi) dapat didefinisikan sebagai kedekatan hasil pengukuran dengan nilai sebenarnya dari suatu jumlah yang diukur. Akurasi ditentukan dengan menghitung % kesalahan relatif dari suatu perlakuan percobaan (Miller dan Miller, 1991; Skoog., et al, 1990).

$$\% \text{kesalahan} = \frac{\bar{x} - x_i}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2.8)$$

$$\% \text{akurasi} = 100\% - \% \text{kesalahan} \quad (2.9)$$

Keterangan:

x_i = nilai data sampel ke i

\bar{x} = rata-rata sampel yang diperoleh dari pengukuran

Kecermatan (presisi) digunakan untuk menunjukkan seberapa jauh nilai hasil pengujian suatu ulangan dengan ulangan lainnya (Miller dan Miller, 1991). Ketelitian hasil pengukuran dapat ditentukan dengan menghitung s (standar deviasi) dan CV (*Coefficient of variation*) dari suatu perlakuan percobaan (Skoog., et al., 1990):

$$\text{CV (Coefficient of variation)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2.10)$$

$$\text{Presisi} = 100\% - \text{CV} \quad (2.11)$$

Uji T (keberartian) dilakukan untuk mengetahui apakah kedua metode memiliki selisih yang berarti. Hipotesis nol (H_0) menyatakan bahwa kedua metoda memberikan hasil yang sama atau tidak berbeda nyata (Miller dan Miller, 1991):

$$S^2 = \frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{n_1 + n_2 - 2} \quad (2.12)$$

$$t = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{s \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}} \quad (2.13)$$

Keterangan:

n = jumlah pengulangan

s_1 = standar deviasi metode ke-1

s_2 = standar deviasi metode ke-2

\bar{x}_1 = nilai rata-rata hasil pengukuran menggunakan metode ke-1

\bar{x}_2 = nilai rata-rata hasil pengukuran menggunakan metode ke-2

2.7 Hipotesis

Penentuan kadar nitrogen pada suatu sampel yang mengandung ammonium dapat dilakukan melalui test kit berdasarkan metode Fenat dengan menggunakan komparator larutan.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Pelaksanaan

Penelitian tentang studi pembuatan tes kit nitrogen untuk analisis pupuk berdasarkan pembentukan senyawa indofenol biru dilaksanakan pada bulan Agustus 2007 hingga Juni 2008 di laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan-bahan penelitian

Sampel padat yang digunakan adalah sampel pupuk NPK. Bahan-bahan kimia pro-analisis yang digunakan yaitu NH_4Cl , HCl pekat 37% ($\rho = 1,19 \text{ kg/L}$), MnSO_4 , NaOCl 0,205 M ($\rho = 1,165 \text{ g/mL}$), fenol, NaOH, H_2SO_4 pekat 96% ($1,84 \text{ g/mL}$) dan akuadem.

3.2.2 Alat-alat penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah : seperangkat alat gelas, seperangkat alat destilasi, pipet mikromili Acura 821 (adjustable micropipette) 5-50 μL , pipet mikromili Assipette 100-1000 μL no. 115/100 dan detektor alir UV-VIS spektrofotometri Shimadzu.

3.3 Tahapan Penelitian

Pada penentuan nitrogen dengan menggunakan metode Fenat ini dilakukan beberapa tahapan penelitian antara lain :

1. Persiapan sampel
2. Penentuan panjang gelombang maksimum indofenol biru
3. Penentuan Waktu Pembentukan Senyawa Indofenol Biru
4. Penentuan kondisi optimum reagen yang meliputi :
 - Penentuan volume NaOCl 0,205 M Optimum
 - Penentuan volume HCl 0,5 M Optimum

- Penentuan volume Fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M Optimum
- Penentuan volume MnSO_4 0,003 M Optimum
- 5. Pembuatan Komparator Larutan N 1-15%
- 6. Penentuan Nitrogen dalam Sampel Pupuk dengan Metode Fenat
- 7. Uji Validitas Metode Fenat Menggunakan Metode Standar Mikrodistilasi Untuk Penentuan Nitrogen Dalam Sampel Pupuk

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Persiapan sampel

3.4.1.1 Larutan [N] 15%

Larutan N 15 % dibuat dengan menimbang 57,321 g NH_4Cl , dilarutkan dalam gelas kimia 100 mL dengan akuades sebanyak 25 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

3.4.1.2 Sampel pupuk NPK

Sampel pupuk NPK ditimbang sebanyak 66,667 g dilarutkan dalam gelas kimia 100 mL dengan akuades sebanyak 25 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

3.4.2 Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan [N] 5 % dipipet 0,01 mL dimasukkan tabung reaksi ditambah akuades 9,99 mL. Selanjutnya ditambahkan 0,05 mL MnSO_4 0,003 M; 0,05 mL NaOCl 0,205 M; 0,1 mL HCl 0,05 M; 0,2 mL fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M, dikocok dan didiamkan 10 menit. Kemudian ditambah 0,4 mL NaOCl 0,205 M, larutan dikocok kembali dan didiamkan selama 5-10 menit. Selanjutnya larutan yang terbentuk diukur absorbansinya pada panjang gelombang 550 nm sampai 670 nm diambil data dengan absorbansi tertinggi yang didukung dengan warna larutan yang paling pekat. Data yang diperoleh dibuat grafik hubungan antara panjang gelombang (sumbu x) dengan absorbansi

(sumbu y). Panjang gelombang maksimum yang diperoleh digunakan selama penelitian.

3.4.3 Penentuan waktu pembentukan senyawa indofenol biru

Larutan [N] 15% dari NH_4Cl dipipet 0,01 mL dimasukkan tabung reaksi dan ditambah akuades 9,99 mL. Setelah itu ditambah reagen (seperti percobaan 3.4.2). Kemudian larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (hasil percobaan 3.4.2) dengan variasi waktu. Data yang diperoleh dibuat grafik hubungan antara waktu pembentukan indofenol (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y). Hasil percobaan digunakan untuk percobaan selanjutnya.

3.4.4 Penentuan kondisi optimum reagen

3.4.4.1 Penentuan volume NaOCl 0,205 M optimum

Optimasi volume NaOCl 0,205 M dilakukan seperti percobaan 3.4.3 dengan volume NaOCl divariasi yaitu 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,35; 0,4; 0,45; 0,5 ; 0,55; 0,6; 0,65; 0,7 dan 0,75 mL. Setelah 10-12,5 menit (hasil percobaan 3.4.3) larutan yang terbentuk difoto dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (hasil percobaan 3.4.2) diambil data dari warna larutan paling pekat yang didukung oleh nilai absorbansi paling tinggi. Data yang diperoleh dibuat grafik hubungan antara konsentrasi NaOCl (mL) (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y). Hasil percobaan digunakan untuk percobaan selanjutnya.

3.4.4.2 Penentuan volume HCl 0,5 M optimum

Pada tahap ini, perlakuannya sama dengan percobaan 3.4.3 dengan volume NaOCl 0,7 mL (hasil percobaan 3.4.4.1) dan penambahan volume HCl 0,5 M dibuat variasi yaitu 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,35; 0,4; 0,45 dan 0,5 mL. Setelah 10-12,5 menit (hasil percobaan 3.4.3), larutan yang terbentuk difoto dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (hasil percobaan 3.4.2) diambil data dari warna larutan paling pekat yang didukung oleh nilai absorbansi paling tinggi. Data yang diperoleh dibuat grafik

hubungan antara konsentrasi HCl 0,5 M (mL) (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y). Hasil percobaan digunakan untuk percobaan selanjutnya.

3.4.4.3 Penentuan volume fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M optimum

Optimasi volume fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M dilakukan seperti percobaan 3.4.3 dengan volume NaOCl 0,7 mL (hasil percobaan 3.4.4.1) dan penambahan volume HCl 0,05 mL (hasil percobaan 3.4.4.2). Penambahan volume fenat dibuat variasi yaitu 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,35; 0,4; 0,45 dan 0,5 mL. Selanjutnya Setelah 10-12,5 menit (hasil percobaan 3.4.3) larutan yang terbentuk difoto dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (hasil percobaan 3.4.2) diambil data dari warna larutan paling pekat yang didukung oleh nilai absorbansi paling tinggi. Data yang diperoleh dibuat grafik hubungan antara konsentrasi fenat (mL) (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y). Hasil percobaan digunakan untuk percobaan selanjutnya.

3.4.4.4 Penentuan volume $MnSO_4$ 0,003 M optimum

Optimasi volume $MnSO_4$ 0,003 M dilakukan seperti percobaan 3.4.3 dengan volume NaOCl 0,7 mL (hasil percobaan 3.4.4.1), penambahan volume HCl 0,05 mL (hasil percobaan 3.4.4.2) dan penambahan fenat 0,45 mL (hasil percobaan 3.4.4.3). Pada tahap ini, perlakuannya sama dengan 3.4.3 akan tetapi waktu pengukuran absorbansi yaitu waktu pembentukan senyawa indofenol (hasil percobaan 3.4.3) dan penambahan volume NaOCl optimum yang dipakai (hasil percobaan 3.4.4). Penambahan volume $MnSO_4$ dibuat variasi yaitu 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,35; 0,4; 0,45; 0,5; 0,55; 0,6; 0,65; 0,7 dan 0,75 mL. Setelah 10-12,5 menit (hasil percobaan 3.4.3) larutan yang terbentuk difoto dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (hasil percobaan 3.4.2) dan diambil data dari warna larutan paling pekat yang didukung oleh nilai absorbansi paling tinggi. Data yang diperoleh dibuat grafik hubungan antara konsentrasi $MnSO_4$ (mL) (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y). Hasil percobaan digunakan untuk percobaan selanjutnya.

3.4.5 Pembuatan komparator larutan [N] 1-15%

Komparator dibuat dengan cara menyiapkan sederet variasi konsentrasi sampel dari [N] 1, 3, 5, 7, 10, 13, 15 % dan masing-masing dipipet 0.01 mL dimasukkan dalam tabung reaksi, ditambahkan reagen hasil optimasi, dikocok hingga homogen selanjutnya didiamkan 10-12,5 menit (sesuai hasil percobaan 3.4.3). kemudian larutan tersebut difoto dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (hasil percobaan 3.4.2). Data yang diperoleh dibuat grafik hubungan antara kadar nitrogen (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y).

3.4.6 Penentuan nitrogen dalam sampel pupuk dengan metode fenat

Larutan sampel pupuk NPK (3.4.1.2) dipipet 0,01 mL dimasukkan dalam tabung reaksi, ditambahkan reagen hasil optimasi dikocok hingga homogen dan didiamkan 10-12,5 menit (sesuai hasil percobaan 3.4.3). Selanjutnya larutan tersebut difoto dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (hasil percobaan 3.4.2). Data yang diperoleh dibuat grafik hubungan volume sampel (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y), setelah itu hasilnya dibandingkan dengan komparator nitrogen.

3.4.7 Uji validitas metode fenat menggunakan metode standar mikrodistilasi untuk penentuan nitrogen dalam sampel pupuk

3.4.7.1 Pembuatan kurva standar nitrogen

Larutan nitrogen dari NH_4Cl dengan konsentrasi nitrogen 1, 2, 3, 7, 10 % dipipet masing-masing 0,01 mL dimasukkan dalam labu ukur 25 mL, ditambah 5 mL larutan H_2SO_4 0,1 M dan ditambah akuades sampai tanda batas. Larutan ini kemudian diambil masing-masing 1 mL dari labu ukur 25 mL, dimasukkan dalam tabung reaksi, kemudian ditambah dengan reagen 0,5 mL MnSO_4 0,003 M; 0,7mL NaOCl 0,205 M; 0,05 mL HCl 0,5 M; 0,45 mL fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M dan 7,8 mL akuades. Larutan tersebut kemudian diukur

absorbansinya dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum hasil percobaan 3.4.2.

Data yang diperoleh dibuat kurva hubungan antara konsentrasi larutan nitrogen sebagai sumbu x dan absorbansinya sebagai sumbu y dan kemudian dibuat persamaan regresinya. Kurva baku ini digunakan untuk penentuan konsentrasi nitrogen dalam sampel.

3.4.7.2 Penentuan nitrogen dalam sampel pupuk dengan metode standar mikrodestilasi

Larutan sampel pupuk NPK (3.4.1.2) dipipet 0,01 mL dan dimasukkan dalam labu destilasi, ditambahkan 7 mL NaOH 1M, dipanaskan dengan waktu destilasi selama 20 menit (dimulai dari awal mendidih), gas amonia diserap dan ditampung dalam 5 mL larutan H₂SO₄ 0,1 M dengan penambahan indikator metil merah 1 tetes, larutan absorber dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 25 mL dan ditanda bataskan dengan akuades, larutan ini kemudian diambil 1 mL dari labu takar 25 mL, dimasukkan dalam tabung reaksi, ditambah dengan reagen - reagen hasil optimasi yaitu : 0,5 mL MnSO₄ 0,003 M; 0,05 mL HCl 0,5 M; 0,7 mL NaOCl; 0,45 mL fenat 1,25.10⁻³ dan 7,8 mL akuades. Larutan tersebut di foto dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (hasil percobaan 3.4.2) dengan detektor UV-Vis spektrofotometer. Data yang diperoleh digunakan untuk menentukan kadar nitrogen dalam sampel pupuk NPK.

Metode analisis ini perlu dilakukan blanko, pengerjaannya seperti pada sampel, tetepi sampelnya diganti akuades.

3.5 Perhitungan Persamaan Regresi linier pada Kurva Standar

Kurva standar hubungan antara konsentrasi nitrogen terhadap absorbansinya digunakan persamaan regresi linier $y = ax$, dimana y adalah absorbansi (A) sedangkan x menyatakan konsentrasi nitrogen. Harga a dapat dihitung dari persamaan :

$$a = \frac{\sum x_i y_i}{\sum x_i^2} \quad (3.1)$$

Sedangkan untuk menghitung koefisien kolerasi (r) dari persamaan regresi tersebut digunakan persamaan :

$$r = \frac{\sum x_i y_i}{\sqrt{\sum x_i \cdot \sum y_i^2}} \quad (3.2)$$

Koefisien kolerasi digunakan untuk menyatakan ketetapan rata-rata semua titik koordinat pada kurva standar terhadap garis linier yang diperoleh dari persamaan regresi linier.

3.6 Uji Presisi dan Akurasi

Uji presisi dapat dilakukan dengan menentukan persen presisi berdasarkan persamaan berikut:

$$SD = \left[\frac{1}{n} \sum (x_i - \bar{x})^2 \right]^{1/2} \quad (3.1)$$

$$\%CV = \frac{SD \times 100}{\bar{x}} \quad (3.2)$$

$$\%presisi = 100\% - \%CV \quad (3.3)$$

Sedangkan untuk uji akurasi dapat dilakukan dengan menentukan persen akurasi berdasarkan persamaan berikut:

$$\%kesalahan = \frac{\bar{x} - x_i}{x} \times 100\% \quad (3.4)$$

$$\%akurasi = 100\% - \%kesalahan \quad (3.5)$$

Keterangan:

SD = simpangan baku

n = jumlah sampel

x_i = nilai data sampel ke i

\bar{x} = rata-rata sampel yang diperoleh dari pengukuran

CV = koefisien variansi

3.7 Uji t

Uji t (keberartian) dilakukan untuk mengetahui apakah kedua metode memiliki selisih yang berarti. Hipotesis nol (H_0) menyatakan bahwa kedua metode memberikan hasil yang sama atau tidak berbeda nyata (Miller dan Miller, 1991). Uji t dilakukan berdasarkan persamaan 2.11 dan 2.12.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



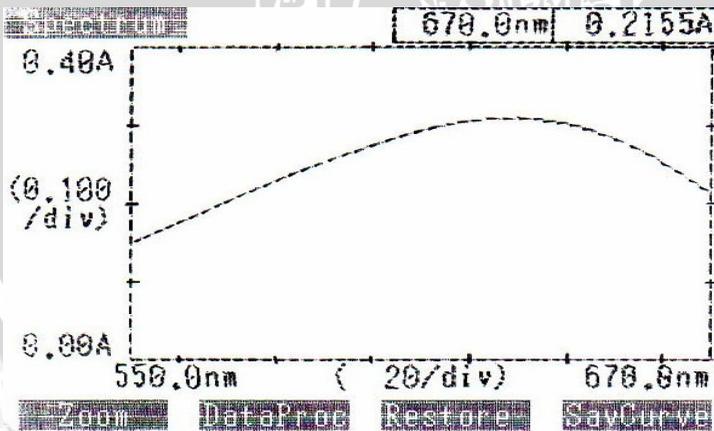
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum bertujuan memperoleh nilai absorpsivitas yang paling tinggi. Semakin tinggi nilai absorpsivitas diharapkan sensitivitas pengukuran semakin baik.

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan [N] 5 % dan $\text{MnSO}_4 = 0,05 \text{ mL}$, $\text{NaOCl} = 0,45 \text{ mL}$, $\text{HCl } 0,5 \text{ M} = 0,1 \text{ mL}$, Fenat = $0,2 \text{ mL}$. Panjang gelombang maksimum untuk penentuan nitrogen dengan menggunakan metode fenat dimana pengukuran didasarkan pada pembentukan senyawa indofenol biru (reaksi 2.5-2.7) memiliki absorbansi maksimum pada panjang gelombang 630 nm (Greenberg, et al., 1992).

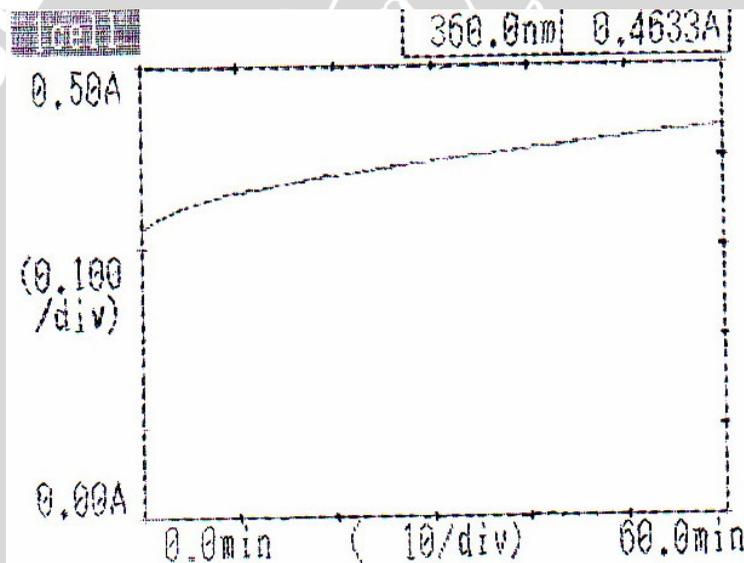
Dalam penelitian ini didapatkan spektra hubungan antara panjang gelombang vs absorbansi yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Berdasarkan spektra yang dihasilkan (Gambar 4.1), didapatkan data maksimum pada berbagai panjang gelombang (Tabel L.2.1) dan senyawa indofenol biru mempunyai panjang gelombang maksimum sebesar 630 nm. Panjang gelombang yang didapatkan sudah sesuai dengan literatur. Hasil penentuan panjang gelombang maksimum ini akan digunakan untuk percobaan selanjutnya.



Gambar 4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

4.2 Penentuan Waktu Pembentukan Senyawa Indofenol Biru

Penentuan waktu pembentukan senyawa indofenol biru dipelajari untuk mengetahui waktu yang dibutuhkan untuk pembentukan senyawa indofenol biru dan mencari ketepatan waktu pengukuran absorbansi larutan senyawa indofenol biru, karena ketepatan waktu pengukuran senyawa indofenol biru sangat berpengaruh dengan nilai absorbansi yang dihasilkan. Dari spektra yang dihasilkan Gambar 4.2 diperoleh data hasil percobaan penentuan waktu pembentukan senyawa indofenol biru ditunjukkan pada Tabel L.2.2. Gambar 4.2 menunjukkan intensitas senyawa indofenol biru naik dengan kenaikan waktu. Pada percobaan ini dipilih 10-12,5 menit yang akan digunakan untuk percobaan selanjutnya.



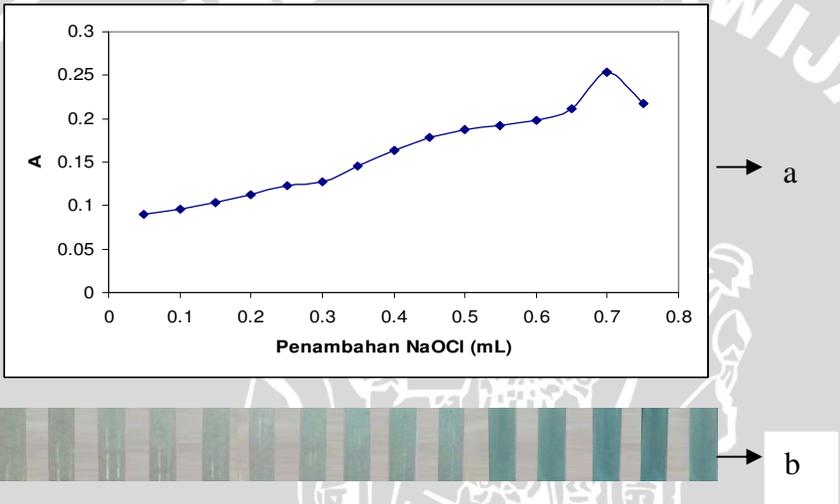
Gambar 4.2 Grafik hubungan antara waktu vs absorbansi

4.3 Penentuan Volume NaOCl 0,205 M Optimum

Penentuan volume NaOCl 0,205 M optimum bertujuan untuk membentuk asam hipoklorit berdasarkan reaksi pada persamaan 4.1, asam hipoklorit berfungsi untuk pembentukan senyawa kloramin. Senyawa kloramin yang terbentuk bereaksi dengan hipoklorit

berlebih untuk mengoksidasi fenol menjadi para quinon kloramin. Penentuan volume NaOCl 0,205 M optimum ini dilakukan dengan mengamati warna senyawa indofenol biru yang terbentuk dan nilai absorbansinya.

Data penentuan volume NaOCl 0,205 M optimum ini ditunjukkan pada lampiran L.2.3 dan pada Gambar 4.3.



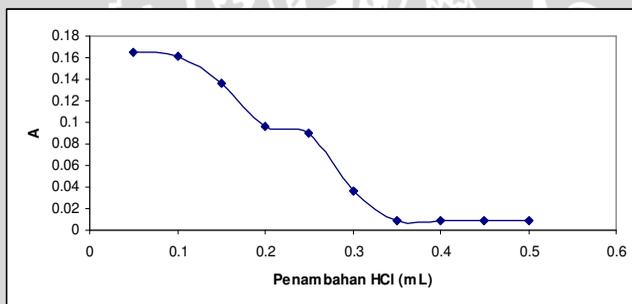
Gambar 4.3 Penentuan Volume NaOCl 0,205 M Optimum
 Keterangan : a = Grafik optimasi NaOCl (mL) vs absorbansi
 b = komparator optimasi NaOCl 0,05-0,75 mL (kiri ke kanan).

Berdasarkan Gambar 4.3 diketahui bahwa Kenaikan volume NaOCl akan mendorong semakin banyaknya ion ammonia menjadi senyawa kloramin. Proses ini akan berlangsung terus hingga jumlah senyawa kloramin maksimal. Penambahan volume optimum NaOCl 0,205 M adalah 0,7 mL. Pada Gambar 4.3 terjadi penurunan absorbansi pada penambahan volume NaOCl 0,75 mL hal ini bisa disebabkan karena NaOCl mempunyai sifat tidak stabil, digunakan sebagai oksidator dalam pemutihan kertas dan tekstil serta sebagai

anti septik dan fungusida (Ham, 2008). karena sifat NaOCl sebagai oksidator, apabila penambahan volume NaOCl yang berlebih maka warna indofenol biru akan tereduksi dan warna indofenol akan menjadi pudar dan nilai absorbansinya akan turun.

4.4 Penentuan Volume HCl 0,5 M Optimum

Penentuan konsentrasi HCl 0,5 M optimum bertujuan untuk merubah natrium hipoklorit menjadi asam hipoklorit (reaksi 4.1), selain itu HCl (asam) menyumbangkan ion H^+ yang beraksi dengan amonia (basa) sehingga garam kloramin dapat terbentuk pada reaksi 2.5. Digunakan HCl sebagai reagen dalam percobaan ini karena HCl merupakan asam kuat yang mudah terdisosiasi secara sempurna sehingga lebih efektif melepaskan H^+ dalam larutan. Data penentuan volume HCl 0,5 M optimum ini ditunjukkan pada lampiran L.2.4 dan pada Gambar 4.4.



→ a



→ b

Gambar 4.4 Penentuan Volume HCl 0,5 M Optimum

Keterangan : a = Grafik optimasi HCl (mL) vs absorbansi

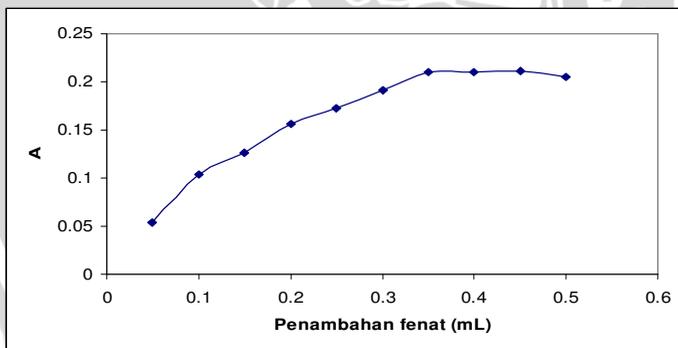
b = komparator optimasi HCl 0,05-0,5 mL (kiri ke kanan)

Berdasarkan Gambar 4.4 terjadi penurunan warna senyawa indofenol biru dengan penambahan volume HCl. Hal ini disebabkan karena reaksi indofenol biru terbentuk pada pH 8 – 11,5. Pada pH

lebih kecil dari 8, reaksi pembentukan indofenol biru tidak berlangsung sempurna sehingga terbentuk warna kuning, sebaliknya bila pH lebih besar dari 11,5 terbentuk warna hijau yang disebabkan oleh gabungan warna dari reaksi pembentukan indofenol antara yang terbentuk warna kuning dengan yang terbentuk warna biru (Falkowska dan Lewandowska, 2004). Pada penelitian ini reaksi berlangsung pada pH 9,5 sehingga sesuai dengan literatur bisa terbentuk dan senyawa indofenol biru. Dari Gambar 4.4 penambahan HCl 0,05 M optimum adalah 0,05 mL.

4.5 Penentuan Volume Fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M Optimum

Reagen fenat merupakan fenol dalam suasana basa (reaksi 4.2). Senyawa kloramin bereaksi dengan fenol membentuk para quinon kloramin. Fenol berfungsi membentuk warna pada senyawa para quinon kloramin dimana intensitas warna pembentukan tergantung pada konsentrasi senyawa kloramin. Senyawa para quinon kloramin hanya terbentuk bila senyawa kloramin mengandung 2 gugus hidrogen (Patton dan Crouch, 1977). Senyawa para quinon kloramin selanjutnya bereaksi dengan fenol yang tersisa membentuk senyawa indofenol biru yang ditunjukkan pada reaksi 2.7. Penentuan volume fenat optimum ini ditunjukkan pada lampiran L.2.5. pada Gambar 4.5



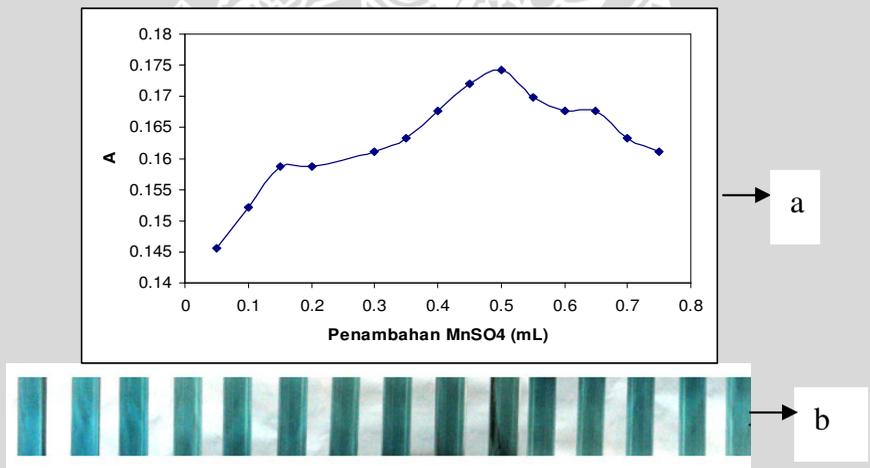
Gambar 4.5 Penentuan Volume Fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M Optimum

Keterangan Gambar 4.5 : a = Grafik optimasi fenat (mL) vs absorbansi
b = komparator optimasi fenat 0,05-0,5 mL (kiri ke kanan)

Berdasarkan Gambar 4.5 Kenaikan volume fenat akan mendorong semakin banyaknya senyawa para quinon kloramin yang terbentuk (reaksi 2.6). Proses ini akan berlangsung terus hingga penambahan volume fenat tidak lagi meningkatkan jumlah senyawa para quinon kloramin yang dihasilkan. Dari Lampiran 2.5 dan Grafik 4.5, penambahan volume fenat optimum adalah 0,45 mL.

4.6 Penentuan Volume MnSO_4 0,003 M Optimum

Dalam percobaan ini, MnSO_4 berfungsi sebagai katalis membantu mempercepat reaksi antara kloramin dengan fenol menjadi para quinon kloramin. Penentuan volume MnSO_4 optimum ini ditunjukkan pada lampiran L.2.6. dan Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Penentuan Volume MnSO_4 0,003 M Optimum

Keterangan : a = Grafik optimasi MnSO_4 (mL) vs absorbansi

b = komparator optimasi MnSO_4 0,05-0,75 mL (kiri ke kanan)

Berdasarkan Gambar 4.6 dan lampiran L.2.6 penambahan volume MnSO_4 optimum adalah 0,5 mL. Kenaikan volume MnSO_4 sebagai katalis akan mendorong semakin banyak terbentuknya

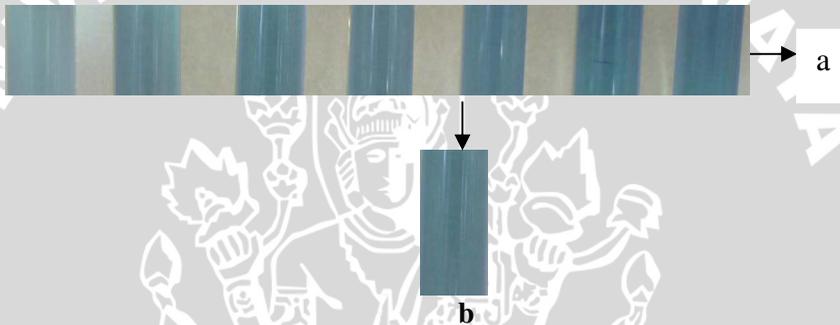
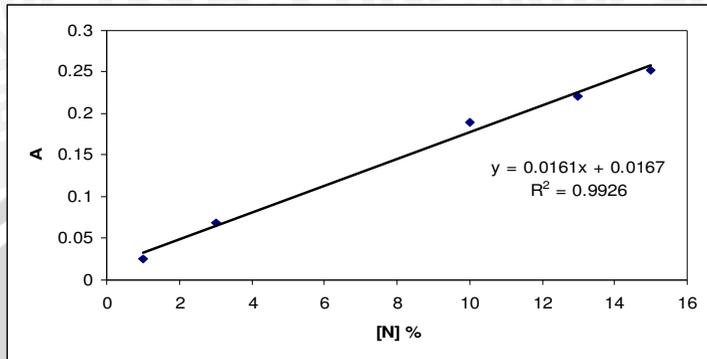
senyawa para quinon kloramin yang selanjutnya akan bereaksi dengan fenol yang tersisa dan membentuk indofenol kuning dan kemudian akan membentuk indofenol biru. Pembacaan absorbansi larutan indofenol biru yang dilakukan pada waktu 10 menit telah mencapai absorbansi maksimum dengan penambahan volume MnSO_4 sebanyak 0.5 mL (lampiran L.2.6) . Penambahan volume MnSO_4 lebih dari 0.5 mL dengan waktu pengukuran absorbansi 10 menit akan mengalami penurunan nilai absorbansi karena penambahan MnSO_4 lebih dari 0,5 mL dalam waktu 10 menit menyebabkan percepatan pembentukan indofenol biru, sehingga indofenol biru terbentuk kurang dari 10 menit, karena indofenol biru sudah terbentuk kurang dari 10 menit maka sisa waktu dari reaksi setelah indofenol biru terbentuk optimum menyebabkan terbentuknya indofenol biru berlebih yang akan bergeser ke indofenol kuning (reaksi 2.8), reaksi antara indofenol kuning menjadi indofenol biru berlangsung dalam reaksi kesetimbangan.

4.7 Pembuatan Komparator Nitrogen 1-15%

Dalam penelitian ini komparator nitrogen dibuat dari hubungan antara konsentrasi nitrogen terhadap absorbansi dimana konsentrasi nitrogen sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai y. Pembuatan komparator ini dilakukan pada berbagai konsentrasi nitrogen yang dilakukan pada kondisi optimum.

Absorbansi dari berbagai konsentrasi nitrogen ditunjukkan pada Gambar 4.7. Dari hasil yang diperoleh, persamaan regresi linier komparator nitrogen adalah $y = 0,0161x + 0,0167$ dengan $R^2 = 0,9926$.

Komparator yang diperoleh digunakan sebagai dasar untuk menentukan konsentrasi nitrogen dalam sampel pupuk. Penentuan konsentrasi sampel pada pupuk didasarkan pada pembentukan warna yang terjadi yang kemudian dibandingkan sama komparator nitrogen.



Gambar 4.7 Komparator Nitrogen 1, 3, 5, 7, 10, 13, 15 %

Keterangan a = Komparator Nitrogen 1, 3, 5, 7, 10, 13, 15 % (dari kiri ke kanan)

b = sampel pupuk NPK (dari 3x ulangan)

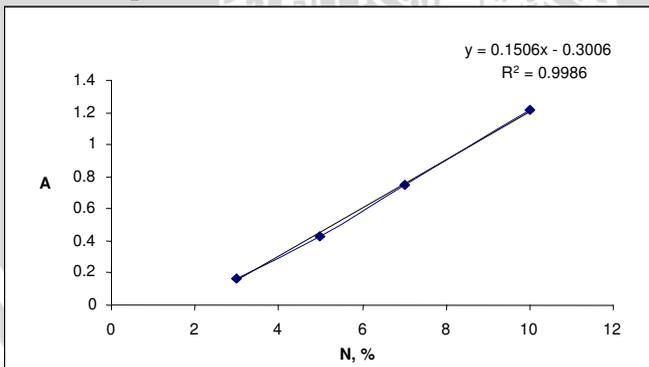
Pada sampel pupuk NPK warna yang dihasilkan hampir sama dengan konsentrasi nitrogen 7-10 % pada komparator nitrogen dan dari nilai absorbansi, sampel pupuk NPK mempunyai konsentrasi nitrogen sebesar 9,69%, sehingga konsentrasi nitrogen sebenarnya adalah 14,59%.

4.8 Uji Validitas Metode Fenat Menggunakan Metode Mikrodistilasi untuk Penentuan Nitrogen dalam Sampel Pupuk

4.8.1 Pembuatan Kurva Standar Nitrogen dengan Metode Standar Mikrodistilasi

Pada penelitian ini kurva standar dibuat dari hubungan antara konsentrasi nitrogen terhadap absorbansi senyawa indofenol biru, dimana konsentrasi nitrogen (%) pada sumbu x dan absorbansi sumbu y. Pembuatan kurva standar dilakukan dengan mengukur absorbansi senyawa indofenol biru yang terbentuk dari berbagai konsentrasi nitrogen. Penentuan absorbansi larutan standar senyawa indofenol biru meliputi tahapan yang sama dengan penentuan absorbansi pada sampel hasil proses destilasi. Tahapan penentuan meliputi penambahan larutan asam sulfat 0,1 M, pengenceran larutan dan penambahan reagen MnSO_4 0,003 M, NaOCl 0,205 M, HCl 0,5 M dan fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M agar sama dengan kondisi larutan hasil destilasi. Hasil pengukuran tersebut diperoleh kurva standar nitrogen seperti pada Gambar 4.8. kurva standar yang diperoleh digunakan sebagai dasar untuk menentukan konsentrasi nitrogen dalam sampel pupuk sesuai nilai absorbansi yang terukur.

Berdasarkan hasil perhitungan didapatkan persamaan regresi linier $y = 0,1506x - 0,3006$ dengan $R^2 = 0,9986$. Kurva standar yang diperoleh digunakan sebagai dasar untuk menentukan konsentrasi nitrogen dalam sampel.



Gambar 4.8 Kurva Standar Nitrogen dengan Metode Standar Mikrodistilasi

4.8.2. Penentuan Nitrogen dalam sampel Pupuk dengan Metode Standar Mikrodistilasi

Destilasi larutan sampel NPK dilakukan untuk mengubah amonium yang terdapat pada larutan di dalam labu destilat menjadi gas amonia bila larutannya diubah menjadi bersifat basa. Gas amonia yang dihasilkan dari destilasi dapat diubah kembali menjadi amonium dalam kondisi asam. Proses pengubahan gas amonia menjadi amonium ini berlangsung pada tabung adsorber dimana tabung dispersi gas harus tercelup pada larutan (H_2SO_4 0,1 M). Gas amonia yang terdispersi dalam larutan adsorber yang bersifat asam akan terserap dan berubah menjadi ion amonium yang selanjutnya akan bereaksi dengan reagen MnSO_4 0,003 M, NaOCl 0,205 M, HCl 0,5 M dan fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M membentuk indofenol biru (reaksi 2.5 – 2.7). Melalui proses destilasi ini didapatkan ion amonium saja tanpa ada ion-ion lain sehingga proses pengukuran secara spektrofotometri lebih akurat karena tidak adanya gangguan warna. Adapun nilai adsorbansi yang diperoleh dari sampel pupuk dapat ditunjukkan dalam Lampiran L.2.7.4. Dengan memplotkan nilai absorbansi tersebut ke dalam persamaan $y = 0,1506x - 0,3006$ maka didapatkan konsentrasi nitrogen dalam sampel pupuk.

Dari persamaan $y = 0,1506x - 0,3006$, sampel pupuk A mempunyai konsentrasi nitrogen sebesar 3,94% dan pada sampel pupuk B mempunyai konsentrasi nitrogen sebesar 9,59%.

4.8.3 Validasi tes kit

Validasi teskit dilakukan bertujuan untuk mengetahui tingkat keakuratan tes kit yang dibuat dalam mendeteksi konsentrasi nitrogen yang terdapat dalam suatu sampel pupuk NPK. Pada uji validitas dibuat kurva standar yang dijadikan sebagai dasar untuk menentukan konsentrasi nitrogen dalam sampel pupuk NPK. Untuk mengaplikasikan tes kit nitrogen yang telah dibuat maka tes kit tersebut digunakan untuk pegukururan kadar nitrogen dalam sampel pupuk NPK yang merupakan salah satu sampel yang banyak mengandung nitrogen. Tetapi, penentuan kadar nitrogen dengan metode fenat ini masih perlu dibandingkan dengan metode standart

yaitu mikrodistilasi. Hal ini dilakukan untuk mengetahui apakah kedua metode tersebut memberikan hasil yang tidak berbeda nyata, yang dapat diperoleh melalui uji t yang perhitungannya ditunjukkan pada Lampiran 2.9. Berdasarkan Lampiran 2.9 dinyatakan bahwa $t_{hitung} < t_{tabel}$ yang menunjukkan bahwa metode fenat memberikan hasil yang tidak berbeda nyata dengan metode mikrodistilasi.

Tabel 4.8.2 Perbandingan uji validitas fenat vs mikrodestilasi

Uji validitas	Sampel pupuk NPK
Fenat	14,59%
mikrodistilasi	14,39%

Hasil perbandingan uji validitas (Tabel 4.8.2) menunjukkan perbedaan nilai konsentrasi yang tidak terlalu besar antara metode penentuan nitrogen dengan metode fenat menggunakan komparator larutan dengan metode mikrodestilasi.

4.9 Penentuan Presisi Dan Akurasi

Validitas suatu metode dapat diuji dengan menentukan ketepatan dan ketelitiannya pada kondisi optimum yang telah dicapai. Ketelitian adalah kesesuaian antara nilai-nilai dari suatu deret pengukuran dari suatu kuantitas yang sama. Ketelitian dari hasil pengukuran dapat dilihat dari harga deviasi rata-rata atau kesalahan relatifnya, dimana dengan semakin kecilnya prosentase kesalahan relatif maka ketelitian semakin besar, demikian pula sebaliknya. Ketepatan adalah dekat tidaknya angka suatu hasil pengukuran dengan angka atau harga sebenarnya (Svehla, 1985). Hasil perhitungan dan ketepatan metode fenat ditunjukkan pada Tabel 4.9.1

Tabel 4.9.1 Data % Presisi dan Akurasi Metode Fenat

Sampel	$X \pm SD$ (presisi)	$X \pm SD$ (akurasi)
Pupuk NPK	$99,58 \pm 0,06$	$99,99 \pm 0,06$

Dari hasil perhitungan ketepatan dan ketelitian dapat diketahui bahwa metode fenat dapat digunakan untuk penentuan nitrogen dalam suatu sampel berbentuk ammonium seperti pada pupuk.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian tentang studi pembuatan tes kit nitrogen untuk analisis pupuk berdasarkan pembentukan senyawa indofenol biru dapat disimpulkan bahwa :

1. Kondisi optimum yang diperoleh untuk penentuan nitrogen menggunakan metode fenat adalah : volume [NaOCl] 0,205 M optimum 0,7 mL, volume [HCl] 0,5 M optimum 0,05 mL, volume fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M optimum 0,45 mL dan volume $[MnSO_4] 0,003$ M optimum 0,5 mL.
2. Metode fenat memberikan sensitivitas yang cukup tinggi, dengan presisi pada sampel pupuk NPK adalah 99,58% dan akurasi 98,61%.

5.2 Saran

Perlu digunakan katalis yang sesuai untuk mempercepat terjadinya reaksi, sehingga analisis menjadi lebih cepat sesuai dengan judul penelitian yaitu pembuatan tes kit nitrogen.

DAFTAR PUSTAKA

- Basri, S. 1996. Kamus Kimia. Edisi kedua. PT. Rineka Cipta. Jakarta. 118, 162, 204.
- Basset, Denney, R.C., Jeffery, G.H., dan Mendham, J. 1991. Vogel Textbook of Quantitative Inorganic Analysis Including Elementary Instrumental Analysis. 4th ed. Longman Group UK limited, London.
- Biswas, T.D, dan Mukherjee, S. 1987. Textbook of Soil Science. Tata McGraw-Hill Publishing Compan Limited. New Delhi. 171-208.
- Bohley, P. 1967. Metode Kjeldahl dan Reaksi Fenol-Hipoklorit. Hoppe-Seyler8 Z. Physiol.Chens. 34.8, 100.
- Falkowska, L, dan Lewandowska, A. 2004. Ammonia and Ammonium Over The Southern Baltic Sea. Part 1. Preparation of Aerosol and Air Samples for The Determination of Ammonia by The Indopheno Method. University of Gdansk. Gdynia. pp 175-184.
- Gardener, F.P., Pearce, R.L., dan Mitchel, R. 1991. Fisiologi Tanaman Budaya. Penerjemah S. Herawati. UI-Press. Jakarta. 146-149.
- Greenberg, A.E., Clesceri, L.S., dan Eaton, A.D. 1992. Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater. Eighteenth Edition. American Public Health Association.75:4-97.
- Ham, M. 2008. Kamus Kimia. PT.Bumi Aksara. Jakarta.
- Honikel, K.O., and Heinz, G. 1976. Ammonium Testing Vessel. Die Fleischwirtschaft, 11.
- Horwitz, W. 1980. Official Methods of Analysis of The Association of Official Analytical Chemist. Thirteenth Edition. Published by The Journal of The AOAC. USA. 53.

- Keennedy, J.H. 1984. Analytical Chemistri, Harcout Brace. Javanovich Publisher. Boca Ratpon. pp 469-470.
- Lingga, P. 1989. Petunjuk Penggunaan Pupuk. Penerbit Swadaya. Jakarta. p.32.
- Miller, J. C., dan Miller, J. N. 1991. Statistika untuk Kimia Analitik. Penerbit ITB. Bandung. Hal 114-120.
- Patton, C.J., and Crouch, S.R. 1977. Spechtrophotometric and Kinetic Investigation of The Berthelot Reaction for The Determination of Ammonia. Anal. Chem. pp 49, 464.
- Sastrohamidjoyo, H. 1991. Spektroskopi. Ed kedua. Penerbit Liberty. Yogyakarta. pp. 20-41.
- Silverstein, R.M., Baslles, G.C., dan Morrill, T.C. 1986. Penyidikan Spektrofotometrik Senyawa Organik. Ed keempat. Alih Bahasa Oleh A. J. Hartomo dan Anny Victor Purbo. Penerbit Erlangga. Jakarta. Pp. 305-325.
- Strickland, J.D.H., dan Parsons, T.R. 1984. A Practical Handbook of Sea Water Analysis. Fisheries Researc Board of Canada. Canada. pp 167, 1-311.
- Svehla, G. 1985. Vogel Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro. Edisi kelima. Penerjemah : L. Setiono dan A.H. Pudjaatmaka. PT. Kalman Media Pustaka. Jakarta. 57.
- Syarief, E.S. 1984. Kesuburan dan Pemupukan Tanah Pertanian. Pustaka Buana. Bandung. pp.5-11.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan dan Pembuatan Larutan

L.1.1 Perhitungan dan Pembuatan Larutan Stok NH_4Cl [N] 15 %

$$\begin{aligned}\text{Volume larutan standar nitrogen} &= 0,1 \text{ L} \\ \text{Berat nitrogen yang diperlukan} &= 10000 \text{ ppm} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 1000 \text{ mg} \\ &= 1 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\text{Berat } \text{NH}_4\text{Cl} = \frac{Mr_{\text{NH}_4\text{Cl}}}{Ar_{\text{Nitrogen}}} \times \text{berat nitrogen}$$

$$\text{Berat } \text{NH}_4\text{Cl} = \frac{53,5 \text{ g/mol}}{14 \text{ g/mol}} \times 15 \text{ gram} = 57,321 \text{ g} \sim \text{N } 15 \%$$

Ditimbang 57,321 gram NH_4Cl dan dilarutkan dalam gelas kimia 100 mL dengan akuades sebanyak 10 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

L.1.2 Perhitungan dan Pembuatan Larutan Standar Nitrogen 1, 3, 5, 7, 10, 13 %

$$\begin{aligned}M_1 \cdot V_1 &= M_2 \cdot V_2 \\ 15 \% \cdot V_1 &= 1 \% \cdot 100 \text{ mL} \\ &= 6,67 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dipipet 6,67 mL larutan stok NH_4Cl [N] 15 % dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

Untuk pembuatan larutan standar nitrogen 3, 5, 7, 10 dan 13 % dilakukan dengan perhitungan yang sama sehingga volume yang dibutuhkan secara berturut-turut adalah sebesar 20; 33,34; 46,67; 66,67 dan 86,67 mL.

L.1.3 Perhitungan dan Pembuatan Larutan MnSO_4 0,003 M

$$\begin{aligned}\text{Berat MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} &= M \times V \times \text{Mr MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \\ &= 0,003 \text{ M} \times 0,1 \text{ L} \times 169 \text{ g/mol} \\ &= 0,0507 \text{ g}\end{aligned}$$

Ditimbang 0,0507 g $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan dilarutkan dalam gelas kimia 100 mL dengan akuades sebanyak 10 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

L.1.4 Perhitungan dan Pembuatan Larutan HCl 0,5 M

BJ HCl pekat : 1,19 g/mL
Kadar HCl pekat : 37 % (v/v)
BM HCl pekat : 36,458 g/mol
maka, konsentrasi HCl pekat adalah

$$\begin{aligned}[\text{HCl}] &= \frac{BJ}{BM} \times \text{kadar}(\%) \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \\ &= \frac{1,19 \text{ g/mL}}{36,458 \text{ g/mol}} \times 0,37 \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \\ &= 12,0769 \text{ mol/L} \\ &= 12,0769 \text{ M}\end{aligned}$$

Pengenceran untuk HCl 0,5 M sebanyak 100 mL

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 12,0769 \text{ M} &= 100 \text{ mL} \times 0,5 \text{ M} \\ V_1 &= 50 / 12,0769 \\ V_1 &= 4,4 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dipipet 4,4 mL HCl 37 M dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang sudah berisi akuades seperempat bagian dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Perlakuan dalam lemari asam.

L.1.5 Perhitungan dan Pembuatan Larutan NaOCl 0,205 M

BJ NaOCl pekat : 1,165 g/mL
Kadar NaOCl pekat : 5,25 % (v/v)
BM NaOCl pekat : 74,5g/mol

maka, konsentrasi NaOCl pekat adalah

$$\begin{aligned}[\text{NaOCl}] &= \frac{BJ}{BM} \times \text{kadar}(\%) \times \frac{100\text{mL}}{0,1\text{L}} \\ &= \frac{1,165 \text{ g/mL}}{74,5 \text{ g/mol}} \times 0,0525 \times \frac{100\text{mL}}{0,1\text{L}} \\ &= 0,8209 \text{ mol/L} = 0,8209 \text{ M}\end{aligned}$$

Pembuatan Larutan NaOCl 0,205 M membutuhkan NaOCl pekat sebanyak :

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 0,8209 \text{ M} &= 4 \text{ mL} \times 0,205 \text{ M} \\ V_1 &= 1 \text{ mL}\end{aligned}$$

Larutan NaOCl 0,205 M dibuat dari 4 mL akuades , dimasukkan ke dalam beaker glass 50 mL, ditambahkan 1 mL NaOCl 5,25 %. Larutan NaOCl dibuat setiap hari untuk menjaga kualitas dari larutan tersebut.

L.1.6 Perhitungan dan Pembuatan Fenat $1,25 \cdot 10^{-3} \text{ M}$



Dibutuhkan : 10 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ dan 2,5 g NaOH

$$\text{Mol } \text{C}_6\text{H}_5\text{OH} = \frac{\text{gram } \text{C}_6\text{H}_5\text{OH}}{\text{Mr } \text{C}_6\text{H}_5\text{OH}} = \frac{10 \text{ gram}}{94 \text{ g/mol}} = 0,106 \text{ mol}$$

$$\text{Mol NaOH} = \frac{\text{gram NaOH}}{\text{Mr NaOH}} = \frac{2,5 \text{ gram}}{40 \text{ g/mol}} = 0,0625 \text{ mol}$$

$$\text{konsentrasi} = \frac{0,0625 \text{ mol}}{50 \text{ mL}} = 1,25 \cdot 10^{-3} \text{ M}$$

Ditimbang 2,5 g NaOH dan ditambah 10 g fenol, dilarutkan dalam gelas kimia 100 ml dengan akuades sebanyak 20 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades. Larutan fenat ini dibuat setiap minggu.

L.1.7 Perhitungan dan Pembuatan Larutan NaOH 40 %

$$\% \text{ NaOH} = \frac{\text{pada tan NaOH}}{100 \text{ mL}} = \frac{40 \text{ gram}}{100 \text{ mL}} \sim 40 \% \text{ NaOH}$$

Ditimbang 40 g NaOH dilarutkan dalam gelas kimia 100 mL dengan akuades sebanyak 10 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

L.1.8 Perhitungan dan Pembuatan Larutan H₂SO₄ 0,1 M

$$\text{BJ H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} : 1,84 \text{ g/mL}$$

$$\text{Kadar H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} : 96 \%$$

$$\text{Mr H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} : 98,08 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat (dalam 1 L larutan)} &= \rho \times \text{kadar} \times 1 \text{ L} \\ &= 1,84 \text{ g/mL} \times 0,96 \times 1000 \text{ mL} \\ &= 1766,4 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} &= \frac{\text{massa H}_2\text{SO}_4}{\text{Mr H}_2\text{SO}_4} \\ &= \frac{1766,4 \text{ g}}{98,08 \text{ g/mol}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} &= 18,01 \text{ mol} \\ \text{Molaritas H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} &= \frac{18,01 \text{ mol}}{1 \text{ L}} = 18,01 \text{ M} \end{aligned}$$

Pembuatan Larutan H₂SO₄ 0,1 M membutuhkan H₂SO₄ pekat sebanyak :

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 18,01 \text{ M} &= 100 \text{ mL} \times 0,1 \text{ M} \\ V_1 &= 0,56 \text{ mL} \end{aligned}$$

Dipipet 0,56 mL H₂SO₄ 96 %, dimasukkan dalam labu ukur 100 mL yang sudah diisi akuades seperempat bagian dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Perlakuan dalam lemari asam.

Lampiran 2. Data Hasil Penelitian

1.2.1 Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Indofenol Biru

Tabel L.2.1 Data panjang gelombang maksimum vs absorbansi

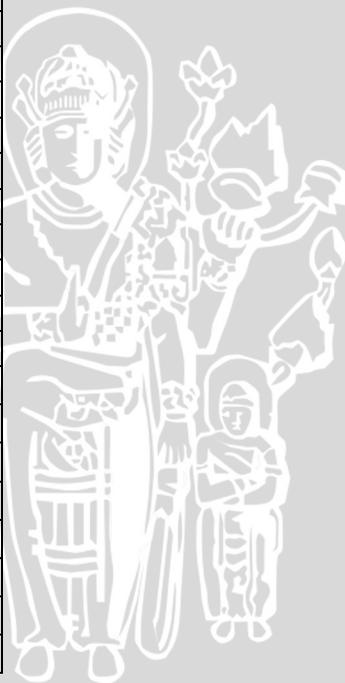
λ (nm)	Absorbansi (A)
575	0,2174
580	0,2308
585	0,2432
590	0,2551
595	0,2664
600	0,2767
605	0,2865
610	0,2948
615	0,3020
620	0,3071
625	0,3102
630*	0,3114
635	0,3091
640	0,3042
645	0,2960
650	0,2550
655	0,2712
660	0,2545
665	0,2354
670	0,2131

Keterangan : * menunjukkan panjang gelombang maksimum indofenol biru

L.2.2 Data Penentuan Waktu Pembentukan Senyawa Indofenol Biru

Tabel L.2.2 Data waktu pembentukan senyawa indofenol biru vs absorbansi

Waktu (Menit)	(A)
0	0,3195
2,5	0,3367
5	0,3469
7,5	0,3556
10	0,3619
12,5	0,3665
15	0,3718
17,5	0,3757
20	0,3799
22,5	0,3838
25	0,3876
27,5	0,3916
30	0,3950
32,5	0,3988
35	0,4017
37,5	0,4047
40	0,4178
42,5	0,4114
45	0,4146
47,5	0,4180
50	0,4216
52,5	0,4244
55	0,4279
57,5	0,4303
60	0,4327



L.2.3 Penentuan Volume NaOCl 0,205 M Optimum

Tabel L.2.3 Data Penentuan volume NaOCl 0,205 M Optimum

Konsentrasi NaOCl (mL)	Absorbansi (A)
0,05	0,0903
0,1	0,0963
0,15	0,1035
0,2	0,1119
0,25	0,1227
0,3	0,1275
0,35	0,1456
0,4	0,1632
0,45	0,1786
0,5	0,1874
0,55	0,1918
0,6	0,1984
0,65	0,2116
0,7 *	0,2534
0,75	0,2182

Keterangan : * menunjukkan volume NaOCl 0,205 M optimum

L.2.4 Penentuan Volume HCl 0,5 M Optimum

Tabel L.2.4 Data Penentuan volume HCl 0,5 M Optimum

Konsentrasi HCl (mL)	Absorbansi (A)
0,05 *	0,1654
0,1	0,161
0,15	0,1364
0,2	0,0963
0,25	0,0903
0,3	0,0357
0,35	0,0089
0,4	0,0089
0,45	0,0089
0,5	0,0089

Keterangan : * menunjukkan volume HCl 0,5 M optimum

L.2.5 Penentuan Volume fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M Optimum

Tabel L.2.5 Data Penentuan volume fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M Optimum

Konsentrasi fenat (mL)	Absorbansi (A)
0,05	0,0534
0,1	0,1035
0,15	0,1263
0,2	0,1566
0,25	0,172
0,3	0,1918
0,35	0,2094
0,4	0,2094
0,45 *	0,2116
0,5	0,205

Keterangan : * menunjukkan volume fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M optimum

L.2.6 Penentuan Volume $MnSO_4$ 0,003 M Optimum

Tabel L.2.6 Data Penentuan volume $MnSO_4$ 0,003 M Optimum

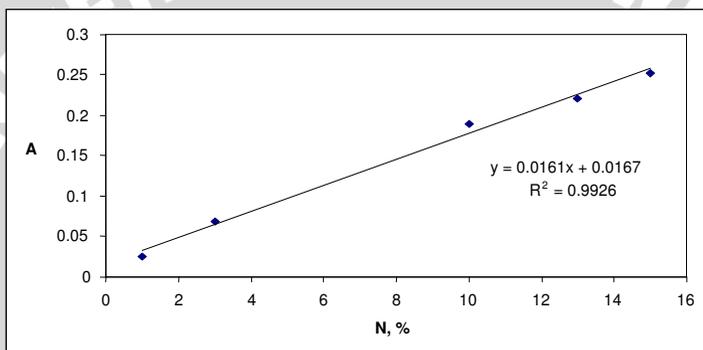
Konsentrasi $MnSO_4$ (mL)	Absorbansi (A)
0,05	0,1456
0,1	0,1522
0,15	0,1588
0,2	0,1588
0,25	0,1676
0,3	0,161
0,35	0,1632
0,4	0,1676
0,45	0,172
0,5 *	0,1742
0,55	0,1698
0,6	0,1676
0,65	0,1676
0,7	0,1632
0,75	0,1610

Keterangan : * menunjukkan volume $MnSO_4$ 0,003 M optimum

L.2.7 Pembuatan Komparator Nitrogen 1-15% dengan Metode Fenat

Tabel L.2.7.1 Data absorbansi nitrogen dengan metode fenat

[N] %	A ₁	A ₂	A ₃	A rata-rata
1	0,0241	0,0251	0,0257	0,0250
3	0,0686	0,0693	0,0696	0,0692
10	0,19	0,1901	0,1905	0,1902
13	0,2203	0,2212	0,2217	0,2211
15	0,2523	0,1526	0,2524	0,2524



L.2.7.2 Penentuan nitrogen pada sampel pupuk NPK dengan metode fenat

Tabel Sampel pupuk NPK

No.	Absorbansi	[N] terukur (%)
1	0,1727	14,53
2	0,1738	14,64
3	0,1728	14,60
Rata-rata	0,1731	14,59
S	0,06	
% Kesalahan	1,39	
% Koefisien Variansi	0,42	

Contoh perhitungan :

Persamaan regresi linier $y = 0,0161x + 0,0167$

y = absorbansi

x = kadar nitrogen

bila $y = 0,1727$, maka

$$\text{kadar \% N} = \frac{0,1727 - 0,0167}{0,0161} = 9,69\%$$

Sehingga N dalam 100 mL sampel NPK adalah 9,69%

Kadar N sesungguhnya:

$$\text{Kadar \% N sesungguhnya} = \frac{9,69}{66,667} \times 100\% = 14,53\%$$

$$\begin{aligned} \% \text{kesalahan} &= \frac{\bar{x} - x_i}{x} \times 100\% \\ &= \frac{14,39 - 14,59}{14,39} \times 100\% = 1,39 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{presisi} &= 100\% - \% \text{CV} \\ &= 100\% - 0,42\% = 99,58\% \end{aligned}$$

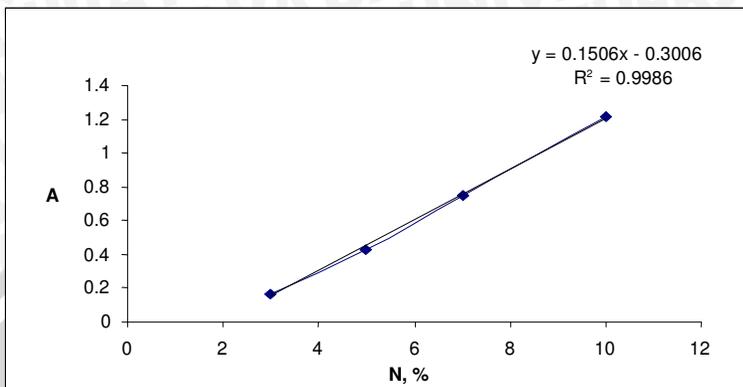
$$\begin{aligned} \% \text{akurasi} &= 100\% - \% \text{kesalahan} \\ &= 100\% - 1,39\% = 98,61\% \end{aligned}$$

L.2.8 Uji Validitas Metode Fenat menggunakan Metode Mikrodistilasi untuk Penentuan Nitrogen pada Sampel Pupuk

L. 2.8.1 Perhitungan Regresi Linier Kurva Standar Nitrogen

Tabel L.2.8.1 Data absorbansi nitrogen

[N] %	Absorbansi 1	Absorbansi 2	A rata-rata
3	0,1679	0,1695	0,1687
5	0,4307	0,4311	0,4309
7	0,7396	0,7398	0,7497
10	1,2143	1,2147	1,2145



Gambar L.2.8 Kurva standar N dengan metode mikrodistilasi

Tabel L.2.8.2 Penentuan Nitrogen pada Pupuk NPK secara Mikrodistilasi

Tabel Sampel NPK

No.	Absorbansi	[N] terukur (%)
1	1,1436	14,39
2	1,1431	14,39
3	1,1453	14,40
Rata-rata	1,1440	14,39
S		0,01

Contoh perhitungan :

Persamaan regresi linier $y = 0,1506x - 0,3006$

y = absorbansi

x = kadar nitrogen

bila $y = 1,1436$, maka

$$\text{kadar \% N} = \frac{1,1436 + 0,3006}{0,1506} = 9,59\%$$

Sehingga N dalam 100 mL sampel NPK adalah 9,59%

Kadar N sesungguhnya:

$$\text{Kadar \% N sesungguhnya} = \frac{9,59}{66,667} \times 100\% = 14,39\%$$

L.2.9 Uji t

L.2.9.1 Sampel pupuk NPK

$$S^2 = \frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{n_1 + n_2 - 2}$$

$$S^2 = \frac{(3-1)0,06^2 + (3-1)0,01^2}{3+3-2}$$

$$S^2 = \frac{7,4 \cdot 10^{-3}}{4}$$

$$S^2 = 1,85 \cdot 10^{-3}$$

$$S = 0,04$$

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{s \sqrt{\frac{1}{3} + \frac{1}{3}}}$$

$$t = \frac{|14,59 - 14,39|}{0,04 \sqrt{\frac{1}{3} + \frac{1}{3}}}$$

$$t = 6$$



Lampiran 3. Diagram Alir

L.3.1 Penentuan λ Maksimum Indofenol Biru

5 % N dari NH_4Cl

- dipipet sebanyak 0,01 mL
- dimasukkan ke tabung reaksi
- ditambah akuades 9,99 mL
- ditambah 0,05 mL MnSO_4 0,003 M
- ditambah 0,05 mL NaOCl 0,205 M
- ditambah 0,1 mL HCl 0,5 M
- ditambah 0,2 mL fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- ditambah 0,4 mL NaOCl 0,205 M
- dikocok kembali dan ditunggu 5-10 menit
- difoto dan diukur absorbansinya mulai dari 550 nm

Data λ_{maks}

L.3.2 Penentuan Waktu Pembentukan Senyawa Indofenol Biru

15 % N dari NH_4Cl

- dipipet sebanyak 0,01 mL
- dimasukkan ke tabung reaksi
- ditambah akuades 9,99 mL
- dikocok
- ditambah 0,05 mL MnSO_4 0,003 M
- ditambah 0,05 mL NaOCl 0,205 M
- ditambah 0,1 mL HCl 0,5 M
- ditambah 0,2 mL fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- ditambah 0,4 mL NaOCl 0,205 M
- dikocok
- diukur panjang gelombangnya pada 630 nm pada variasi waktu mulai dari 0 menit

Data

L.3.3 Penentuan Volume NaOCl 0,205 M Optimum

15 % N dari NH_4Cl

- dipipet 15 x sebanyak 0,01 mL
- masing-masing dimasukkan ke tabung reaksi yang berbedada
- ditambah akuades 9,99 mL
- dikocok
- ditambah 0,05 mL MnSO_4 0,003 M
- ditambah 0,05 mL NaOCl 0,205 M
- ditambah 0,1 mL HCl 0,5 M
- ditambah 0,2 mL fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- ditambah NaOCl 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,35; 0,4; 0,45; 0,5; 0,55; 0,6; 0,6; 0,7 mL
- ditambah akuades 0,7; 0,65; 0,6; 0,55; 0,5; 0,45; 0,4; 0,35; 0,3; 0,25; 0,2; 0,15; 0,1; 0,05; 0 mL
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- difoto dan diukur pada λ 630 nm

Data hasil

L.3.4 Penentuan Volume HCl 0,5 M Optimum

15 % N dari NH_4Cl

- dipipet 10 x sebanyak 0,01 mL
- masing-masing dimasukkan ke tabung reaksi yang berbeda
- ditambah akuades 9,99 mL
- dikocok
- ditambah 0,05 mL MnSO_4 0,003 M
- ditambah 0,05 mL NaOCl 0,205 M
- ditambah HCl 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,35; 0,4; 0,45; 0,5 mL
- ditambah akuades 0,45; 0,4; 0,35; 0,3; 0,25; 0,2; 0,15; 0,1; 0,05; 0 mL
- ditambah 0,2 mL fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- ditambah 0,65 mL NaOCl
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- difoto dan diukur pada λ 630 nm

Data hasil

L.3.5 Penentuan Konsentrasi Fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M Optimum

15 % N dari NH_4Cl

- dipipet 10 x sebanyak 0,01 mL
- masing-masing dimasukkan ke tabung reaksi yang berbedada
- ditambah akuades 9,99 mL
- dikocok
- ditambah 0,05 mL MnSO_4 0,005 M
- ditambah 0,05 mL NaOCl 0,205 M
- ditambah 0,05 mL HCl 0,5 M
- ditambah fenat 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,35; 0,4; 0,45; 0,5 mL
- ditambah akuades 0,45; 0,4; 0,35; 0,3; 0,25; 0,2; 0,15; 0,1; 0,05; 0 mL
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- ditambah 0,65 mL NaOCl 0,205 M
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- difoto dan diukur pada λ 630 nm

Data hasil

L.3.6 Penentuan Konsentrasi MnSO_4 0,003 M Optimum

15 % N dari NH_4Cl

- dipipet 15 x sebanyak 0,01 mL
- masing-masing dimasukkan ke tabung reaksi yang berbeda
- ditambah akuades 9,99 mL
- dikocok
- ditambah MnSO_4 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,35; 0,4; 0,45; 0,5; 0,55; 0,6; 0,65; 0,7; 0,75 mL
- ditambah akuades 0,7; 0,65; 0,6; 0,55; 0,5; 0,45; 0,4; 0,35; 0,3; 0,25; 0,2; 0,15; 0,1; 0,05; 0 mL
- ditambah 0,05 mL NaOCl 0,205 M
- ditambah 0,05 mL HCl 0,5 M
- ditambah 0,45 mL fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- ditambah 0,65 mL NaOCl 0,205 M
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- difoto dan diukur pada λ 630 nm

Data hasil

L.3.7 Pembuatan Komparator N 1% - 15%

[N] 1, 3, 5, 7, 10, 13, 15 % dari NH_4Cl

- dipipet 0,01 mL
- dimasukkan ke tabung reaksi yang berbeda
- ditambah akuades 9,99 mL
- dikocok
- ditambah 0,5 mL MnSO_4 0,003 M
- ditambah 0,05 mL NaOCl 0,205 M
- ditambah 0,05 mL HCl 0,5 M
- ditambah 0,45 mL fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- ditambah 0,65 mL NaOCl 0,205 M
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- difoto dan diukur pada λ 630 nm

Data hasil

L.3.8 Penentuan Nitrogen dalam Sampel Pupuk dengan Metode Fenat

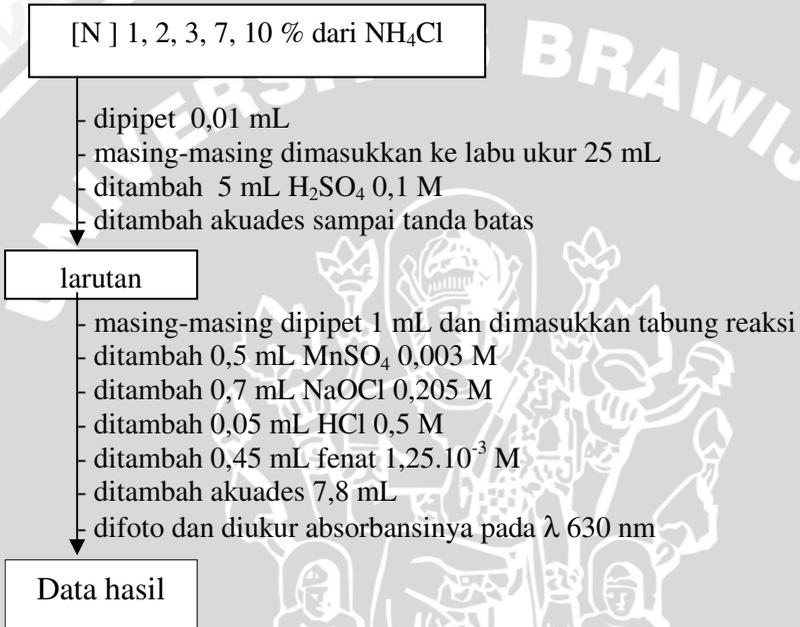
Sampel Pupuk NPK

- dipipet 0,01 mL
- dimasukkan ke tabung reaksi
- ditambah akuades 9,99 mL
- dikocok
- ditambah 0,5 mL MnSO_4 0,003 M
- ditambah 0,05 mL NaOCl 0,205 M
- ditambah 0,05 mL HCl 0,5 M
- ditambah 0,45 mL fenat $1,25 \cdot 10^{-3}$ M
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- ditambah 0,65 mL NaOCl 0,205 M
- dikocok dan didiamkan sampai 10 menit
- difoto dan diukur pada λ 630 nm

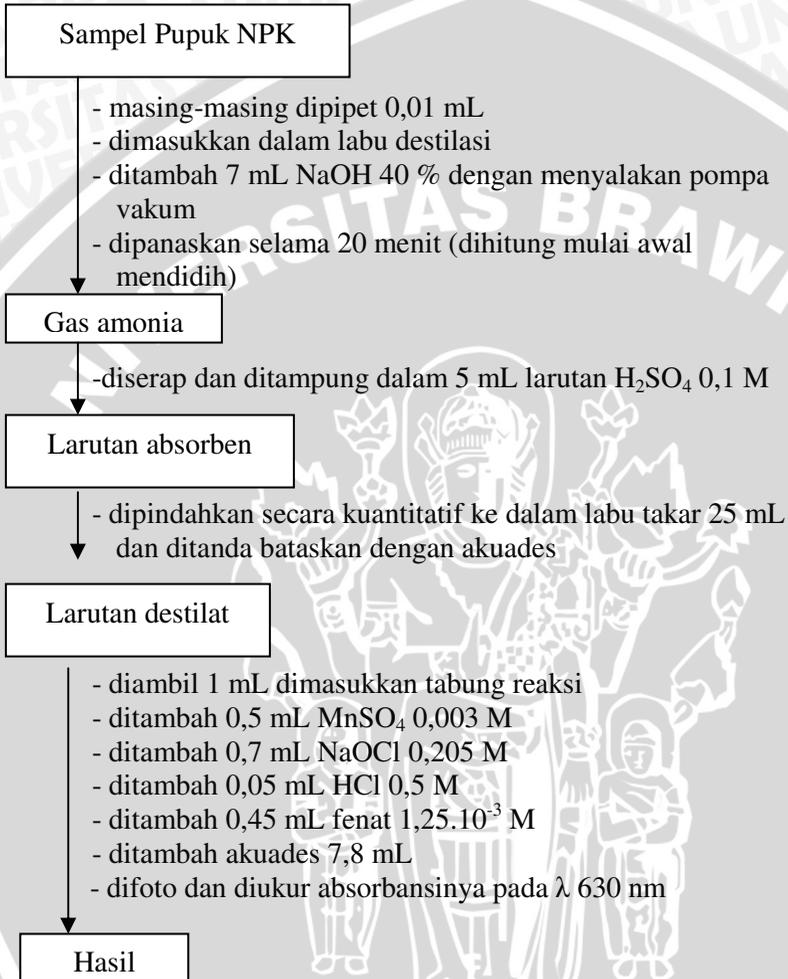
Data hasil

L.3.9 Uji Validitas Metode Fenat Menggunakan Metode Mikrodistilasi untuk Penentuan Nitrogen dalam Sampel Pupuk

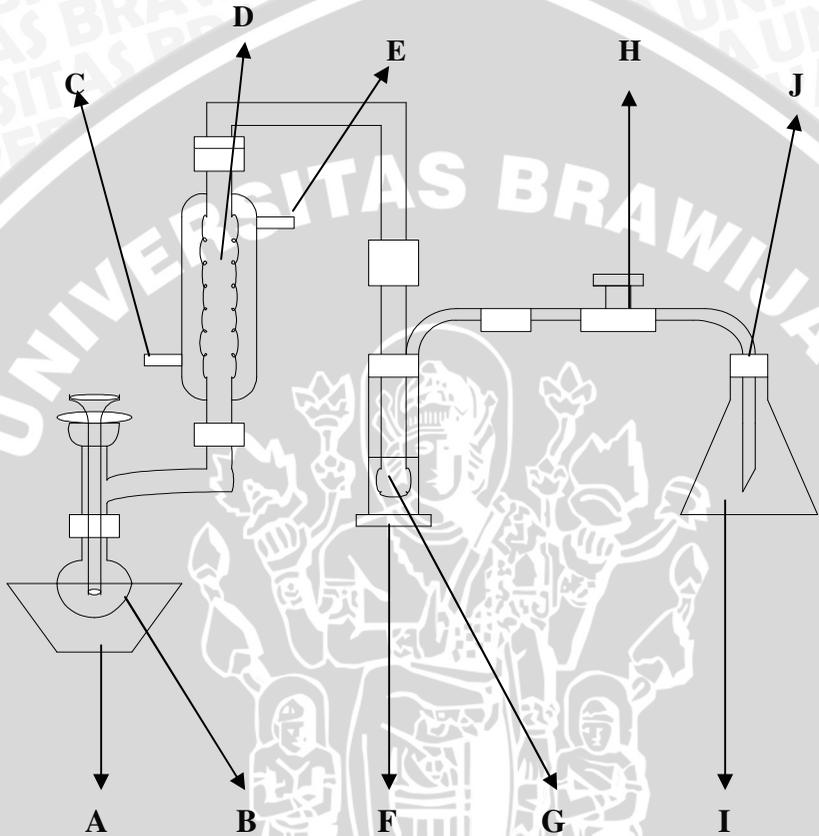
L.3.9.1 Pembuatan Kurva Standar Nitrogen dengan Metode Standar Mikrodistilasi



L.3.9.2 Penentuan Nitrogen dalam sampel Pupuk dengan Metode Standar Mikrodistilasi



L.4 Rangkaian alat mikrodestilasi



- Keterangan : A. Mantel Pemanas F. Tabung Adsorber
B. Labu Destilasi G. Tabung Dispersi Gas
C. Lubang masuk air H. Katup
D. Kondensor I. Labu Pengaman
E. Lubang keluar air J. Ke pompa vakum